# REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département : Génie Minier

Laboratoire : Génie Minier



Laboratoire Génie Minier

Mémoire de projet de fin d'études Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Minier

# Évaluation de la performance des amendements alcalins pour la neutralisation du DMA issu des rejets de la mine de Kef-Oum Teboul

Abdelbaki NICHE

Mosaab Imed Eddine OUFERROUKH

Sous la direction de Mme Amira MERCHICHI et Mr Malek OULD HAMOU Présenté et soutenu publiquement le (12/07/2022)

# **Composition du Jury :**

Président	Mr. E. MOUSSAOUI	MAA	ENP
Examinatrice	Mme. N. GUERFI	MR	CRTSE
Promotrice	Mme. A. MERCHICHI	MCB	ENP
Co-Promoteur	Mr. M. OULD HAMOU	Prof	ENP

ENP 2022

# REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département : Génie Minier

Laboratoire : Génie Minier



Laboratoire Génie Minier

Mémoire de projet de fin d'études Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Minier

# Évaluation de la performance des amendements alcalins pour la neutralisation du DMA issu des rejets de la mine de Kef-Oum Teboul

Abdelbaki NICHE

Mosaab Imed Eddine OUFERROUKH

Sous la direction de Mme Amira MERCHICHI et Mr Malek OULD HAMOU Présenté et soutenu publiquement le (12/07/2022)

# **Composition du Jury :**

Président	Mr. E. MOUSSAOUI	MAA	ENP
Examinatrice	Mme. N. GUERFI	MR	CRTSE
Promotrice	Mme. A. MERCHICHI	MCB	ENP
Co-Promoteur	Mr. M. OULD HAMOU	Prof	ENP

ENP 2022

ملخص

تقدم هذه الأطروحة نتائج دراسة أجريت على السلوك الجيوكيميائي لتحييد تصريف تعدين الأحماض من مخلفات منجم كيف أم طبول. تمثل هذه المخلفات حالة معينة من عدم الاستقرار الكيميائي والتي تشكل سببًا محتملاً للتلوث البيئي بسبب تنقل العناصر المعدنية. لتأكيد هذه الملاحظة، تم إجراء تحليلات كيميائية ومعدنية للمادة المترشحة من خلايا التغيير المصغر.

من أجل الحد من هذه المشكلة البيئية وتحييد وتثبيت المعادن الموجودة في النفايات من هذا المنجم المهجور، تم إجراء معالجة سلبية بالمواد القلوية في الخلايا الرطبة وخلايا التغيير المصغر.

الكلمات المفتاحية: الجيوكيمياء، نفايات التعدين، تعدين الأحماض، المعالجة السلبية، المواد المتر شحة.

#### Abstract

This work presents the results of a study carried out on the evaluation of the performance of alkaline amendments for the neutralization of DMA from the Kef Oum Teboul mine tailings. These tailings present a certain chemical instability which constitutes a probable cause of environmental pollution due to the mobility of metallic elements. To confirm this observation, chemical and mineralogical analyses of the leachates from the mini weathering cells were carried out.

In order to reduce this environmental problem and to neutralise and immobilise the metals contained in the waste from this abandoned mine, passive treatment with alkaline substances was carried out in wet cells and mini weathering cells.

**Key words :** Geochemistry, mine waste, alkaline amendments, passive treatment, leachates.

#### Résumé

Ce mémoire présente les résultats d'une étude menée sur l'évaluation de la performance des amendements alcalins pour la neutralisation des DMA des résidus de la mine de Kef Oum Teboul. Ces résidus présentent une certaine instabilité chimique qui constitue une cause probable de pollution de l'environnement en raison de la mobilité des éléments métalliques. Pour confirmer cette observation, des analyses chimiques et minéralogiques des lixiviats des mini-cellules d'altération ont été effectuées.

Afin de réduire ce problème environnemental et de neutraliser et immobiliser les métaux contenus dans les rejets de cette mine abandonnée, un traitement passif par des substances alcalines a été réalisé dans des cellules humides et des mini-cellules d'altération.

**Mots clés :** Géochimie, rejets miniers, amendements alcalins, traitement passif, lixiviats.

# REMERCIEMENTS

Tout d'abord, nous remercions **Dieu** en premier lieu pour nous avoir donné du courage, de la force, de la patience ainsi que santé et volonté pour pouvoir mener à bien ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer toute notre reconnaissance à notre chère promotrice Madame **Amira MERCHICHI** pour son soutien moral, sa disponibilité, ses précieux conseils, et pour tous les efforts qu'elle a fournie pour la réussite de ce

travail, ce fut un honneur et un réel plaisir de travailler avec vous.

Nous remercions Monsieur Malek OULD HEMOU pour sa grande contribution dans ce projet, ses conseils et sa disponibilité. Aussi pour nous avoir fournie un environnement de travail optimal et confortable. Sans lui le

laboratoire de génie minier ne serait tel qu'il est aujourd'hui.

Un grand merci aux enseignants qui ont accepté de faire partie du jury pour l'examen de ce projet : **Mr. Elabas MOUSSAOUI** de l'Ecole Nationale Polytechnique et **Mme Nabila GUERFI** du Centre de Recherche en Technologie des Semi-Conducteurs pour l'Energétique.

Nous remercions toutes les équipes techniques des laboratoires du CRAPC et de l'ASG d'Alger pour leurs précieuses collaborations, de nous avoir permis d'effectuer nos tests de caractérisations chimiques (SAA, FRX) et minéralogiques (DRX, MEB) au sein de leurs laboratoires.
Nous remercions tout le corps enseignant du département génie minier.
Nous tenons à remercier également toutes personnes ayant contribué de manière directe ou indirecte au bon déroulement de ce projet de fin d'études.
Enfin, comment ne pas remercier nos familles pour leurs aides, encouragements et sacrifices durant toutes ces années d'études afin de garantir notre réussite.

# DÉDICACES

# $\hat{A}$ mes parents

Merci pour toutes ces années de sacrifice, vous n'avait jamais cessé de croire en moi et de me pousser toujours à aller de l'avant en me fournissant tout besoin nécessaire pour ma réussite. C'est grâce à vous que je suis arrivé où j'en suis aujourd'hui. J'espère être à la hauteur de vous attente et de toujours vous rendre fière de moi.

#### $\hat{A}$ mes deux sœurs

Qui n'ont jamais cessé de m'encourager, me soutenir et me conseiller tout au long de mes études, que dieu vous protège et vous garde toujours à mes côtés.

## $\hat{A}$ mes encadrants *Mme Merchichi* et *Mr Ould Hamou*

Vos compétences, et vos encadrements ont toujours suscité mon profond respect. Je vous remercie pour votre accueil et vos conseils.

A mon ami mon frère et mon binôme NICHE Abdelbaki. Merci d'avoir été présent durant tout notre parcours universitaire, dans les pires comme dans les bons moments, je ne saurais imaginer un meilleur camard que toi. Je te souhaite toute la réussite.

## $\hat{A}$ mes Camarades de classe

Merci infiniment d'avoir vécu cette aventure a mes coté, vous êtes comme une deuxième famille pour moi, sans vous je n'aurais jamais eu de si bon souvenir.

## $\dot{A}$ mes très chers amis

Ouzit Zhor qui était toujours présente là où j'avais le plus besoin et qui n'a jamais cessé d'être une inspiration pour moi, j'espère pouvoir être toujours digne de ton amitié. Tarek, Bedro, Anes, Nacer, et Bilel votre simple présence me donnait de la force et me réconfortait. Merci

Enfin, je tiens à me remercier moi-même d'avoir cru en moi et d'avoir su me relever à chaque tombé et de n'avoir jamais baissé les bras.

## Mosaab Imed Eddine OUFERROUKH

# DÉDICACES

# **À** mes parents

Merci pour votre éternel soutien, merci de m'avoir soutenu le long de mon parcours académique, merci de m'avoir supporté et tant aidé. Chère mère j'avoue que la personne que je suis devenue actuellement c'est grâce à tes efforts à tes conseilles et à tes sacrifices. J'aimerai toujours te remercier pour tous ce que tu as fait jusqu'à présent pour assurer l'éducation de tes enfants. Cher père, sans vous je n'aurais jamais réussi. Je dédie ce travail à ma grande famille et à la mémoire de mes grands-mères décédées.

# $\hat{A}$ ma sœur et mes deux frères

Qui n'ont pas cessée de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études. Que Dieu les protège et leurs bénie de santé, bonheur et réussite.

## À mes encadrants Mme MERCHICHI et Mr OULD HEMOU

Votre compétence, votre encadrement ont toujours suscité mon profond respect. Je vous remercie pour votre accueil et vos conseils.

# A mon binôme

Mon ami, mon frère **OUFERROUKH Mosaab Imed Eddine**. Merci d'avoir été présent durant nos études supérieures, dans les pires comme dans les bons moments, je ne saurais imaginer un meilleur camard que toi. Je te souhaite toute la réussite.

## $oldsymbol{A}$ mes amis et camarades de classe

Ma deuxième famille, que dieu vous bénisse tous, j'espère vous voir exceller et accumuler les réussites. Veuillez trouver ici l'expression de mes gratitudes et de ma grande estime.

NICHE ABDELBAKI

# Table des matières

Liste des Tableaux	,
Liste des Figures	
Liste des abréviations	
INTRODUCTION GENERALE	
CHAPITRE 1 : Revue de littérature	
1.1 Cycle minier	
1.2 Défis environnementaux de l'industrie minière	
1.2.1 Pollution de l'air	
1.2.2 Esthétique et biodiversité	
1.2.3 Pollution du sol	
1.2.4 Pollution de l'eau	
1.2.5 Drainage neutre contaminé	
1.2.6 Drainage Minier Acide	
1.3 Prédiction du comportement géochimique des rejets miniers	
1.3.1 Diagnostic sur la roche et le milieu encaissant	
1.3.2 Diagnostic sur l'eau circulant dans le site :	
1.3.3 Diagnostic sur le cours d'eau récepteur et/ou le terrain	
1.4 Gestion intégrée des rejets miniers (méthodes de contrôle et neutralisation)	
1.4.1 Désulfuration	
1.4.2 Bactéricide	
1.4.3 Couverture aqueuse	
1.4.4 Couverture imperméable	
1.4.5 Couverture monocouche et couverture multicouche	
1.4.6 Amendement alcalin	
CHAPITRE 2 : Présentation du site d'étude	
2.1 Localisation géographique	
2.2 Hydrographie et hydrogéologie	
2.3 Contexte géologique	
2.4 Minéralisation :	
2.4.1 Les filons :	
2.4.2 Composition minéralogique du gisement	
2.5 Conditions climatiques	
2.6 Traitement et exploitation	
2.6.1 Historique	
2.6.2 Laverie	
CHAPITRE 3 : Matériels et méthodes	44
3.1 Prélèvement d'échantillons	
3.2 Préparation des échantillons	

3.2.1 Préparations mécaniques des échantillons	
3.2.2 Quartage	50
3.2.3 Echantillonnage automatique	50
3.2.4 Broyage	
3.3 Caractérisation des échantillons	
3.3.1 Caractérisation physico-chimique	
3.3.2 Caractérisation minéralogique	
3.3.3 Caractérisation chimique :	58
3.4 Essai statique chimique (Essai sobek modifié selon Lawrence et Wang, 1997)	59
3.5 Essais cinétiques	61
3.6 Traitement passif par amendement alcalin	
3.6.1 Prélèvement des matériaux alcalins	62
3.6.2 Préparation des matériaux alcalins	63
3.6.3 Cellules humides	63
3.6.4 Mini cellules d'altération	64
CHAPITRE 4 : RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS	67
4.1 Caractérisation des échantillons et des matériaux	67
4.1.1 Caractérisation physico-chimique	67
4.1.2 Caractérisation chimique	79
4.1.3 Caractérisation minéralogique	
4.2 Essais statiques	
4.3 Essai cinétique (Mini cellules d'altération)	
4.3.1 Mesures électrochimiques	89
4.3.2 Caractérisation chimique des lixiviats	
4.4 Amendements alcalins (traitement passif)	
4.4.1 Mesures électrochimiques (pH, Eh et conductivité)	
4.4.2 Caractérisation chimique	103
4.5 Analyse minéralogique post-traitement	113
CONCLUSION GENERALE	116
Références bibliographiques	117
Annexe	122

# Liste des Tableaux

Tableau 1. 1: Production Minière en Algérie en 2013-2014 (Données ORGM)	19
Tableau 1. 2: Valeurs limites algériennes des paramètres de rejets d'effluents liquides	
industriels	28
Tableau 1. 3: classement des eaux d'exhaures en fonction du pH, la conductivité et la	
teneur en sels métallique	28
Tableau 1. 4: Diagnostic sur l'effluent en fonction de la classe.	28
Tableau 1. 5: Schéma illustrant le principe à la base de la désulfuration	
environnementale d'un rejet de concentrateur (d'après Boiet al., 2005	29
Tableau 2. 1: Localisation géographique de la mine de Kef Oum Teboul	36
Tableau 2. 2: Les trois groupes de composition minéralogique	41
Tableau 3. 1: Descriptifs des échantillons récoltés	46
Tableau 3. 2: Addition d'acide en fonction du test de Fizz	60
Tableau 3. 3: Descriptifs des matériaux	63
Tableau 3. 4: Différentes configurations choisies pour les essais d'amendement alcaling	5
	65
Tableau 4. 1: Valeurs du pH des reiets miniers de Kef Oum Teboul	67
Tableau 4. 2: Valeurs du pH des matériaux d'amendements	<b>67</b>
Tableau 4 3. Résultats de mesure de la densité annarente des rejets	68
Tableau 4. 4: Résultats de mesure de la densité apparente des rejeis initialitations         Tableau 4. 4: Résultats de mesure de la densité apparente des matériaux alcalins	68
Tableau 4. 5: Résultats de mesure de la densité absolue des rejets miniers	68
Tableau 4. 5. Résultats de mésure de la densité absolue des rejets miners Tableau 4. 6. Résultats de mésure de la densité absolue des matériaux alcalins	68
Tableau 4. 0. Résultats de la teneur en eau des rejets miniers	60
Tableau 4. 7. Résultats de la teneur en eau des matériaux alcalins	60
Tableau 4. 0. Resultats de la reneur en éta des materiaux alcanns	60
Tableau 4. 2. Valcurs de la porosité des metérieux alcalins	70
Tableau 4. 10. Valeurs de la porosite des materiaux alcanns	70
Tableau 4. 11. Distribution granulométrique des rejets 1	/1 72
Tableau 4. 12. Distribution granulométrique des rejets K	72
Tableau 4. 13. Distribution granuloineurique des rejets V	73
Tableau 4. 14: Coefficient à uniformité et de courbure des échandhons r, K et v	74
Tableau 4. 15: Distribution granulométrique du calcire1	13
Tableau 4. 10: Distribution granuloinetrique du calcire2	70
Tableau 4. 17: Coefficient à uniformité et de courbure des échantinons C1, C2 et RP Tableau 4. 19: Décultate de la conceité d'échange estionique (Ne échangeable)	// 70
Tableau 4. 16: Resultais de la capacité d'échange cationique (Na échangeable)	/0
Tableau 4. 19: Caracterisation chimique elementaire des rejets miniers (echantilion P)	/9
Tableau 4. 20: Caracterisation chimique elementaire des rejets miniers (echantilion R)	80
Tableau 4. 21: Caracterisation chimique elementaire des rejets miniers (echantilion V)	81
Tableau 4. 22: Caracterisation chimique elementaire du materiau alcalin (echantillon         C1)	0.0
	82
Tableau 4. 23: Caracterisation chimique élémentaire du matériau alcalin (échantillon         Gableau	0.0
	82
Tableau 4. 24: Composition minéralogique du rejet P	83
Tableau 4. 25: Composition minéralogique du rejet R	84
Tableau 4. 26: Composition minéralogique du rejet V	85
Tableau 4. 27: Composition minéralogique de l'échantillon C1	86
Tableau 4. 28: Composition minéralogique de l'échantillon RP	87

Tableau 4. 29: Résultats des essais statiques	88
Tableau 4. 30: Variation de la valeur du pH des lixiviats provenant des essais en mini	
cellules d'altération	90
Tableau 4. 31: Variation de la valeur du potentiel Red/Ox des lixiviats provenant des	
essais en mini cellules d'altération	91
Tableau 4. 32: Variation de la conductivité des lixiviats provenant des essais en mini	
cellules d'altération	93
Tableau 4. 33: Limites de détection de l'appareil SAA (Agilent)10	04

# Liste des Figures

Figure 1. 1:Cycle de vie minier (AMQ, 2016)	18
Figure 1. 2: Formation du DMA	21
Figure 1. 3: Étapes de formations du DMA	22
Figure 1. 4: pouvoir neutralisant en fonction de CO2 (wt%)	25
Figure 1. 5: Schéma du montage de l'essai en mini-cellule d'altération (Amar, 2020)	26
Figure 1. 6: Coupe verticale d'une colonne	27
Figure 1. 7: Essais en colonnes (Ethier ,2011)	27
Figure 1. 8: Composantes d'un recouvrement multicouches (adaptée de Aubertin et al.	••
1995, 1999, 2002a)	31
Figure 1. 9: Développement durable dans le domaine minier (Amar, 2020)	34
Figure 2. 1: Localisation géographique de la région de Kef Oum Teboul (Arab et al.,	
2021)	36
Figure 2. 2Schéma orohydrographique de la région deKef Oum Teboul (SONAREM,	
1971)	37
Figure 2. 3: Extrait de la carte géologique de la région de kef-oum Teboul (Vila, 1980)	38
Figure 2. 4: Coupe transversale du gisement de Kef Oum Teboul (SONAREM, 1965-	
1966)	39
Figure 2. 5: Localisation de la laverie et de la fonderie par rapport à la mine de Kef	
Oum	42
Figure 3. 1: organigramme du chapitre 3	44
Figure 3. 2: Localisation de l'échantillonnage effectué au niveau de la mine abandonné	ée
de Kef Oum Teboul	45
Figure 3. 3: Points d'échantillonnages zone 1 (Google Earth)	47
Figure 3. 4: points d'échantillonnages des Zones 2 et 3 (Google Earth)	47
Figure 3. 5: Illustration des échantillons utilisés	48
Figure 3. 6: Concasseur à mâchoires de type DRAGON	49
Figure 3. 7: Concasseur giratoire de type DENVER	49
Figure 3. 8: Méthode de quartage	50
Figure 3. 9: Diviseur d'échantillons à cônes rotatifs RETSCH	50
Figure 3. 10: Pulvérisette de type FRITSH	51
Figure 3. 11: Tamiseuse de type RETSCH AS 200 et balance à précision SCT-ATLAS.	.52
Figure 3. 12: Mesure du pH	54
Figure 3. 13: Four Carbolite	54
Figure 3. 14: schéma descriptif d'un photomètre à flamme	56
Figure 3. 15: Appareil de Diffraction des Ravons X.	57
Figure 3. 16: Microscopie électronique à balavage MEB.	57
Figure 3. 17: Représentation schématique de la fluorescence X (J.P. Eberhart, 1976)	58
Figure 3. 18: Spectromètre de Fluorescence des Ravons X « ZSX Primus II de Rigaku	
	58
Figure 3. 19: Spectrométrie d'absorption atomique SAA	59
Figure 3. 20: Test Fizz et agitation	61
Figure 3. 21: Critères de classification environnementale des reiets miniers.	61
Figure 3, 22: Mini cellules d'altération	62
Figure 3, 23: Essais cellules humides	64
Figure 3, 24: Essais mini cellules d'altération nour amendements alcalin	64
Figure 3, 25: Mesures et rincage du liviviat	65
1 1541 v vi 201 1110011 vi vi 1111246v uu 1111 144 miniminiminiminiminiminiminiminiminimin	00

Figure 4. 1: graphe analyse granulomètrique P, R et V7	/4
Figure 4. 2: graphe granulomètrique C1 et C27	7
Figure 4. 3: Courbe d'étalonnage de sodium (Na)7	8
Figure 4. 4: Spectre DRX de l'échantillon P 8	3
Figure 4. 5: Spectre DRX de l'échantillon R 8	;4
Figure 4. 6: Spectre DRX de l'échantillon V 8	5
Figure 4. 7: Spectre DRX de l'échantillon C18	6
Figure 4. 8: Spectre DRX de l'échantillon C2	57
Figure 4. 9: Spectres DRX des matériaux phosphatés, RP en bleu (Merchichi 2022) 8	;7
Figure 4. 10: Variation du pH des lixiviats en fonction du temps9	)()
Figure 4. 11: Variation du potentiel redox des lixiviats en fonction du temps9	2
Figure 4. 12: Variation de la conductivité des lixiviats en fonction du temps9	)3
Figure 4. 13: Variation de la concentration du fer dans les lixiviats à travers le temps9	)4
Figure 4. 14: Variation de la concentration du cuivre dans les lixiviats à travers le temps	S
	)4
Figure 4. 15: Variation de la concentration du zinc dans les lixiviats à travers le temps 9	95
Figure 4. 16: Variation de la concentration du plomb dans les lixiviats à travers le temp	S
	95
Figure 4. 17: Variation de la concentration du cadmium dans les lixiviats à travers le	
temps	6
Figure 4. 18: Évolution du pH en fonction du temps (rejet R)9	8
Figure 4. 19: Évolution du pH en fonction du temps (rejet P)	8
Figure 4. 20: Évolution du pH en fonction du temps (rejet V)9	19
Figure 4. 21: Évolution du potentiel redox en fonction du temps (rejet R) 10	)()
Figure 4. 22: Évolution du potentiel redox en fonction du temps (rejet P)10	)()
Figure 4. 23: Évolution du potentiel redox en fonction du temps (rejet V) 10	)1
Figure 4. 24: Évolution de la conductivité électrique en fonction du temps (rejet R) 10	2
Figure 4. 25: Évolution de la conductivité électrique en fonction du temps (rejet P)10	2
Figure 4. 26: Évolution de la conductivité électrique en fonction du temps (rejet V) 10	13
Figure 4. 27: Variation de la concentration du cuivre dans les lixiviats (Rejets P) 10	)4
Figure 4. 28: Variation de la concentration du fer dans les lixiviats (Rejets P) 10	)5
Figure 4. 29: Variation de la concentration du zinc dans les lixiviats (Rejets P) 10	)5
Figure 4. 30: Variation de la concentration du plomb dans les lixiviats (Rejets P) 10	)6
Figure 4. 31: Variation de la concentration du cadmium dans les lixiviats (Rejets P) 10	)6
Figure 4. 32: Variation de la concentration du zinc dans les lixiviats (Rejets R)10	)7
Figure 4. 33: Variation de la concentration du plomb dans les lixiviats (Rejets R) 10	8
Figure 4. 34: Variation de la concentration du fer dans les lixiviats (Rejets R)10	8
Figure 4. 35: Variation de la concentration du cuivre dans les lixiviats (Rejets R) 10	19
Figure 4. 36: Variation de la concentration du cadmium dans les lixiviats (Rejets R) 10	19
Figure 4. 37: Variation de la concentration du zinc dans les lixiviats (Rejets V)11	0
Figure 4. 38: Variation de la concentration du plomb dans les lixiviats (Rejets V) 11	1
Figure 4. 39: Variation de la concentration du fer dans les lixiviats (Rejets V)11	1
Figure 4. 40: Variation de la concentration du cuivre dans les lixiviats (Rejets V) 11	2
Figure 4. 41: Variation de la concentration du cadmium dans les lixiviats (Rejets V) 11	2
Figure 4. 42: Images MEB des rejets miniers de Kef Oum Teboul avant et après	
traitement passif par amendement alcalin, (V.1 ; R.1 et P.1) rejets avant traitement, (V.	2
; R.2 et P.2) surfaces minérales encrassées par des précipitations sous forme	
d'oxydes/hydroxydes à différentes tailles11	4

# Liste des abréviations

- P: Stériles d'exploitation
- R : Rejets de traitement 1
- V : Rejets de traitement 2
- Cc : Coefficient de courbure
- Cu : Coefficient d'uniformité
- CH : Cellule humide
- CRAPC : Centre de Recherche d'Analyses Physiques et Chimique
- DMA : Drainage Minier Acide
- DNC : Drainage Minier Contaminé
- CEC : Capacité d'échange cationiques
- DRX : Diffraction aux rayons X
- Eh : Potentiel d'Oxydoréduction.
- MEB : Microscopie électronique à balayage
- MCA : Mini cellule d'altération
- NAG : Net Acid Generation Test
- N : Normalité
- PA : Potentiel de génération d'acide.
- pH : Potentiel d'Hydrogène
- PN : Potentiel de Neutralisation.
- PNN : Potentiel Net de Neutralisation.
- SAA : Spectroscopie par absorption atomique.
- C2 : Calcaire de khenchela
- C1 : Calcaire de Constantine
- **RP** : Rejets Phosphates
- C° : Température
- W : Teneur en eau.
- FRX : Fluorescence aux rayons X
- $\delta$  : masse volumique
- $\rho$ : Densité

# INTRODUCTION GÉNÉRALE

#### INTRODUCTION GENERALE

Le secteur minier est l'un des piliers les plus importants de l'économie de plusieurs pays à travers le monde, notamment l'Algérie qui est un pays des plus prometteur au vus des réserves géologiques qu'il renferme. Cependant, l'impact dévastateur de cette industrie sur l'environnement ne peut être négligé. L'industrie minière par son activité (exploitation et traitements) engendre de nombreux rejets, qui se présentent sous forme de stériles d'exploitations ou de rejets de traitements, ces derniers délaissés sans prise en charge ni traitements risquent de générer des problèmes environnementaux de grande envergure, tel que la pollution de l'eau, du sol ou de l'air. Les sites miniers abandonnés sont la source majeure de ces problèmes. En Algérie, l'Agence Nationale Algérienne des Activités Minières (ANAM) a marqué en 2016 un nombre total de 38 sites miniers abandonnés et 556 mines en fermeture temporaire. L'Exploitation et le traitement de ces gisements ont engendré des quantités énormes de rejets (FCE 2016).

Les rejets abandonnés sans aucune gestion, subissent de nombreuses altérations au contact avec les conditions atmosphériques (eau, oxygène, température...). L'oxydation des sulfures en présence de l'eau et de l'oxygène et en l'absence de minéraux neutralisants tels que les carbonates de calcium, génère le phénomène bien connu sous le terme : Drainage Minier Acide (DMA). Le DMA se caractérise par un pH faible et des concentrations élevées de métaux et de sulfates (Neculita et al., 2021). Ce DMA en contact avec le milieu encaissant et le court d'eau, risque de polluer non seulement le sol mais aussi les aquifères situés en profondeur. Ce problème environnemental reste jusqu'à présent le type de drainage le plus connu et le plus problématique de l'industrie minière. Cependant, d'autres types de drainage existent également, comme le drainage neutre contaminé (DNC), le drainage salin ou le drainage alcalin, qui peuvent également se produire (Nordstrom et al., 2015).

Afin de remédier à ces problèmes majeurs, plusieurs moyens de prédictions et de préventions ont été développés et mis en place. Les méthodes de prédiction visent à pronostiquer le comportement géochimique des rejets à court et à long terme. Les méthodes de préventions quant à eux ont comme objectif de traiter les rejets antérieurement avant la formation de drainage, cela en neutralisant ces derniers et en réduisant la concentration en métaux lourds présents. On note deux démarches possibles de traitement l'une biotique faisant intervenir des agents biologique (bactéries, composés organiques...), et une autre abiotique qui sollicite l'ajout d'éléments neutralisants, parmi celles-ci on retrouve les amendements alcalins qui est une méthode passive qui réduit l'acidité des rejets à travers la dissolution des éléments alcalins et limite la mobilité des contaminants via la précipitation des oxyhydroxydes de fer. La coprécipitation et adsorption, la passivation de la surface sulfurée et une diminution de l'activité bactérienne acidophile (Acidithiobacillus Ferrooxidans, Leptospirilum Ferrooxidans) dans des conditions neutres (Nordstrom et Southam, 1997 ; Elghali et al., 2019).

La présente étude a pour objectif principal d'évaluer la performance des amendements alcalins pour le traitement des rejets issus de la mine abandonnée de Kef-Oum Teboul située au Nord de l'Algérie, en utilisant trois types de matériaux dont deux calcaires et un rejet de traitement de phosphates de Djebel Onk.

Afin d'atteindre cet objectif, un plan de travail a été soigneusement mis en place :

- Caractérisation physique, chimique et minéralogique des rejets miniers de Kef-Oum Teboul ainsi que les matériaux utilisés dans le traitement passif.
- > Evaluation du comportement géochimique des rejets (Essais statiques et cinétiques).
- Traitement passif des rejets (amendements alcalins) à travers des essais en cellules humides et en mini cellules d'altération.

Aucune étude pratique de traitement n'a été portée sur les rejets minier de Kef-Oum Teboul auparavant. Aussi vue le manque d'intérêt à ces thématiques en Algérie aucune publication portée sur le traitement passif par amendements alcalins n'a été réalisée, sauf les travaux de recherche publiés en 2022 par Merchichi et al qui nous ont servis de référence dans notre travail.

L'originalité de ce travail repose sur le protocole d'amendements alcalins, qui a été réalisé à l'aide des cellules humides et des mini cellules d'altération, qui sont de base des essais cinétiques de prédiction, mais à cause de leur bonne simulation des conditions naturelles, ils donnent le milieu idéal pour la réalisation de nos essais en laboratoire.

# **CHAPITRE 1** REVUE DE LITTÉRATURE

# **CHAPITRE 1 : Revue de littérature**

L'industrie minière est une activité économique très importante pour le monde et plus particulièrement l'Algérie. Elle est la source de production de nombreux biens d'équipement et de consommation, de la simple construction aux dernières innovations technologiques ; outre les profits économiques qu'elles génèrent, elles favorisent également la formation et l'emploi de la main-d'œuvre locale.

Cette industrie peut également entraîner des impacts environnementaux dramatiques de par la quantité énorme de rejets qu'elle peut engendrer et la forte concentration de métaux qu'ils peuvent contenir. La négligence de ces rejets et leur exposition aux conditions climatiques conduit à la formation de drainage neutre contaminé (DNC) ou de drainage minier acide (DMA) provoquant des effets néfastes sur la nature (la faune et la flore).

Afin de contrôler ces problèmes environnementaux, les entreprises minières sont dans l'obligation de gérer de manière raisonnable les rejets issus des différents procédés (exploitation, traitement...), cela en respectant les normes internationales et en faisant part aux méthodes de prédiction et de gestion des rejets afin de limiter au maximum leur impact.

#### **1.1 Cycle minier**

L'industrie minière est l'un des moteurs de l'économie de plusieurs pays, l'ensemble des autres secteurs d'activités dépendent majoritairement de cette dernière, au vue du besoin nécessaire de la matière première pour la réalisation de n'importe quelle activité. L'extraction des substances terrestre est donc devenue primordiale pour le développement et l'avancement de la société, ces substances sont par exemple, des minéraux métalliques des métaux ou des minéraux industriels employés dans le secteur chimique ou dans la construction, etc. Différentes étapes se succèdent pour mettre en valeur ces ressources, correspondant à des métiers et des volets différents à savoir la prospection, l'exploration, la valorisation, l'aménagement et la production, la fermeture, la restauration et le suivi environnemental. Chacune de ces étapes est essentielle lors de la mise en place du projet :

- Prospection et exploration : cette étape a pour but l'identification des sites exploitables et l'étude de faisabilité du projet d'un point de vue technique, financier et environnemental. La durée de cette étape et en moyenne de 5 ans (Norgate and W. J. Rankin, 2000).
- Aménagement et construction des infrastructures minières : elle a pour but la construction des installations de traitement du minerai, les aires de gestion des résidus miniers et l'infrastructure du site, incluant la préparation et le développement de la mine. La durée de cette étape est de 5 à 10 ans (PDAC, 2013)
- Exploitation minière : cette phase consiste à extraire le minerai d'un gisement à travers plusieurs méthodes et à le traiter pour obtenir un produit minéral de valeur pour la société. Cette étape peut prendre jusqu'à 10 ans.
- Fermeture et restauration : Le processus de fermeture se fait de façon ordonnée et respectueuse de l'environnement. Les zones qui ont été transformées par l'exploitation des ressources minérales doivent redevenir des écosystèmes. C'est pourquoi toute excavation est remplie, tout amoncellement est nivelé et tous lieux sont reboisés. Ainsi, les écosystèmes sont recréés. En général, la fermeture d'une mine peut prendre jusqu'à 10 ans.

Néanmoins, malgré les revenus appréciables de l'exploitation minière, de très grandes quantités de rejets, solides (stériles et tailings) et liquides (drainage minier acide) sont générées. Ces rejets sont soit empilés sous forme de haldes à stérile ou acheminés vers des bassins de décantations appelés parcs à résidus ; ils polluent les eaux de surface (mer, lac, rivière, etc.) et/ou souterraines et induisent inévitablement la dégradation de l'écosphère (transformation des paysages, impacts négatifs sur la flore et la faune et la chaîne alimentaire...).



Figure 1. 1: Cycle de vie minier (AMQ, 2016)

L'Algérie, par sa superficie de 2,382 millions km<sup>2</sup>, est considéré comme le pays le plus grand en Afrique, elle est constituée de nombreux reliefs, le nord est sillonné d'Ouest en Est d'une double barrière montagneuse (l'atlas tellien et saharien), le sol est recouvert de vaste forêts au centre et au sud le grand Sahara représente à lui seule 84% du territoire. Cette grande superficie regorge de ressources naturelles, en substances métalliques et non métalliques telles que le fer, le plomb, le zinc, les phosphates, le sel, le marbre, etc. Malgré ce potentiel géologique important, l'industrie minière algérienne est très peu productive, elle ne contribue qu'à 1% de la production de richesses du pays. (Journal officiel 2014. Classification Nationale Des Ressources Minérales Et Des Réserves Minières. Numéro 18 du 30 mars)

Un important effort de prospection a été effectué durant les 30 dernières années, ce qui a permis de développer l'infrastructure géologique de base et d'inventorier un grand nombre de gîtes et indices, dont certains offrent de réelles perspectives d'investissement pour leur exploitation. Les principales substances exploitées sont :

- Le minerai de fer : exploité de six mines, mais c'est principalement les mines de Ouenza et de Boukhadra qui alimentent l'usine d'El hadjar à Annaba. La production est d'environ 1 Million de tonne/ans.
- Les phosphates : Les réserves de phosphates sont estimées à environ 2 Milliard de tonnes, concentrées principalement à Djebel Onk (gisement de Kef Essennoun, de Bled El Hadba, etc.).
- La baryte : l'Algérie possède plusieurs gîtes de baryte. Les gisements d'intérêt économique sont localisés principalement au Nord du pays. La production est de 50 000 t/an.

• Les sables : Ils proviennent principalement des dunes de sable côtières. La production est de l'ordre de 17000 t/an. (Journal officiel 2014. Classification Nationale Des Ressources Minérales Et Des Réserves Minières).

Sur la base de son potentiel géologique et minéral et la faible surface explorée par rapport à la superficie du pays, le secteur minier algérien peut jouer un rôle important dans le développement économique et social du pays. Dans cette perspective, l'état algérien a pris plusieurs décisions :

- Développement des grands projets tels que le projet d'exploitation de Fer de Gara Djebilet et le projet de transformation des phosphates de Djebel Onk par installation d'une usine dans la région de Souk Ahras, ainsi que des projet pour le sel, le marbre et les polymétaux ;
- Lancement de nouveaux projets d'exploration dans le but de la découverte de nouveaux gisements et de nouvelles substances minérales ;
- La valorisation des ressources minérales disponibles dans une perspective de développement durable ;
- Encouragement du partenariat dans l'investissement minier.

Le tableau suivant présente la production minière algérienne de l'année 2013/2014 :

Substances	2013	2014	Exploitation
$E_{or}(t)$	1.066.000	000.000	6
rei (l)	1 000 000	900 000	0
Phosphates (t)	1 150 000	1 400 000	1
Or (kg)	140	85	1
Argent	27	16	
Sels (t)	172 900	193 000	13
Baryte (t)	30 250	56 800	5
Bentonite (t)	27 700	31 500	0
Kaolin (t)	42 500	181 000	2
Sables (t)	15 472 000	17 550 000	113
Marbres (blocs) (m <sup>3</sup> )	18 000	32 000	16
Agrégats (m <sup>3</sup> )	42 000 000	60 000 000	912
Calcaires/ ciments (t)	21 932 000	24 800 000	21

Tableau 1. 1: Production Minière en Algérie en 2013-2014 (Données ORGM)

## 1.2 Défis environnementaux de l'industrie minière

Les activités minières utilisent plusieurs technologies de pointe, de sorte qu'elles ont aussi un apport marqué au niveau du développement de la main-d'œuvre et de l'expertise locale. Ces technologies servent à optimiser les différentes étapes de production des valeurs commerciales à partir des ressources minérales, incluant celles qui visent à assurer une gestion efficace et sécuritaire des grandes quantités de rejets issues de l'extraction et du traitement du minerai. Les compagnies minières sont censées restaurer et rétablir les sites d'exploitation à leurs états d'origine mais hélas la plupart ne respectent pas cette règle.

L'activité minière a des effets néfastes sur l'environnement et peut nuire à l'environnement de diverses façons :

#### 1.2.1 Pollution de l'air

Les sources d'émissions de poussières sont multiples. En effet, pour chaque étape de production, la nature des poussières, leur forme, leur granulométrie ainsi que le processus de mise en suspension ou d'envol, sont très différents. Les polluants observés dans l'atmosphère résultent également de réactions physico-chimiques entre composants chimiques (polluants primaires et autres constituants de l'atmosphère) régies par les conditions météorologiques. Les poussières ainsi rejetées ont des influences néfastes sur l'organisme humain, elles pénètrent dans les alvéoles pulmonaires et engendrent des maladies mortelles (la pneumonie, la bronchite, l'asthme, la tuberculose et la rhynobronchite) (Wakponou, 2014 ; Ngombe et al., 2021)

#### 1.2.2 Esthétique et biodiversité

Le volume important des rejets des sites d'exploitation peut porter atteinte à la beauté et à l'esthétique de l'environnement. L'exploitation excessive entraîne le plus souvent la perte de la biodiversité des lieux et cela en mettant en danger les espèces animales et végétales.

#### 1.2.3 Pollution du sol

De nombreux éléments de surface présents en début d'opération peuvent ne pas être remplacés en fin d'opération. Quant à l'enlèvement des couches de sol et au creusement profond du sous-sol, il peut déstabiliser le terrain et menacer l'avenir des routes et des bâtiments de la région.

#### **1.2.4 Pollution de l'eau**

Elle a des répercussions négatives sur l'irrigation, la natation, la pêche et l'approvisionnement en eau domestiques. Elle menace aussi la survie de la faune et la flore marine et aussi des espèces terrestres qui en dépendent pour leur alimentation.

#### **1.2.5 Drainage neutre contaminé**

Le drainage neutre contaminé est défini comme le passage de l'eau dans les rejets miniers ayant un pH près de la neutralité 6 et 9.5 (MEND, 2004, Villeneuve, 2004, Nordstrom et al., 2015). Ces effluents miniers contiennent des concentrations en métaux supérieures aux critères environnementaux (Karine, 2017, Merchichi, 2013 ; 2022).

Le drainage neutre contaminé peut apparaître dans différentes conditions (Stantec, 2004):

- L'oxydation des minéraux sulfureux produit de l'acide, cela entraîne la solubilisation de certains métaux. Mais la présence de minéraux acidivores dans ces rejets maintient le pH près de la neutralité.
- Il y a lixiviation des métaux contenus dans les rejets sans génération d'acide. A titre d'exemple, le cas de la sphalérite, qui peut réagir avec l'oxygène sans générer d'acide, tout en libérant du zinc (très soluble).
- Après l'application des méthodes de contrôle de DMA, on neutralise l'acidité donc il peut y avoir production de drainage neutre contaminé.

Les principaux éléments que l'on peut retrouver dans les effluents neutres contaminés sont, par ordre alphabétique (Stantec, 2004) : antimoine, arsenic, cadmium, chrome, cobalt, manganèse, mercure, molybdène, nickel, sélénium, sulfates et zinc.

#### 1.2.6 Drainage Minier Acide

Le principal problème environnemental auquel fait face l'industrie minière découle du mauvais entreposage des rejets miniers solides contenant des minéraux sulfureux, ces derniers en contact de l'air et de l'eau peuvent générer le drainage minier acide (DMA) (Bouzahzah ,2013 ; Jouini et al, 2020 ; 2021 ; Neculita et al., 2021). La réaction d'oxydation des sulfures en présence de l'eau et l'air est amplifiée par la présence des bactéries et se caractérise par une baisse de pH et une mise en solution des éléments métalliques et des sulfates (Merchichi et al., 2022). Ce phénomène est le résultat d'un déficit en minéraux neutralisants (acidivores) incapables de maintenir le pH près de la neutralité. L'acidité, combinée à la présence de contaminants potentiellement toxiques, comme divers métaux (ex. : Fe, Al, Mn, Zn, Cu, Cd, Hg, Pb, Co, Ni, Ta, As, peut affecter sérieusement les écosystèmes, qui reçoivent les effluents contaminés (voir Down et Stock, 1977 ; Ritcey, 1989 ; Ripley et al., 1996 ; Marcus, 1997 ; Morin et Hutt, 1997 ; Aubertin et al., 2002a). Le maximum d'oxydation peut être observé de vingt à trente ans après le stockage des résidus dans le cas de rejets qui renferment une quantité moyenne en sulfures, tandis que pour les résidus riches en sulfures, il peut se poursuivre pendant des centaines d'années après la fermeture d'un site (Ouakibi 2013).



Figure 1. 2: Formation du DMA

La production du DMA comprend une série de réactions chimiques et biochimiques. Le DMA se forme lorsque les minéraux sulfureux acidogènes principalement la pyrite sont exposés à l'eau et à l'air, L'oxydation libère alors de l'acidité dans le milieu, favorisant ainsi la mise en solution des métaux lourds solubles. D'après (Bussière, 2009), cette oxydation suit 3 phases :

L'oxydation directe de la pyrite va libérer les ions Fe<sup>2+</sup> qui vont s'oxyder en ions de Fe<sup>3+</sup>, ce qui engendre une acidification du milieu. En fonction de la concentration totale en Fe et pour un pH entre 3 et 3.5, les ions Fe<sup>3+</sup> précipitent sous forme d'hydroxyde ferrique [Fe(OH)3], ce qui va générer H+ et donc plus d'acidité.

$$2FeS_{2} + 7O_{2} + 2H_{2}O \longrightarrow 2Fe^{2+} + 4SO_{4}^{2-} + 4H^{+}$$

$$4Fe^{3+} + 2H_{2}O \longrightarrow 4Fe^{2+} + O_{2} + 4H^{+}$$

$$Fe^{3+} + 3H_{2}O \longrightarrow Fe(OH)_{3} + 3H^{+}$$
(1)

- **2.** Elle est caractérisée par un épuisement des minéraux neutralisants ce qui va impliquer une diminution remarquable du pH.
- **3.** L'oxydation indirecte de la pyrite par l'agent oxydant (Fe3+)

La réaction globale de l'oxydation de la pyrite est présentée par l'équation (2) (Aubertin M. et al. 2002).

$$FeS_2 + 14Fe^{3+} + 8 H_2O \longrightarrow 15Fe^{2+} + 2SO_4^{2-} + 16H^+$$
 (2)

Ou par l'équation (3) (Morin et al. 1995) (l'oxydation par O2 qui a lieu à des pH proches de la neutralité (5<pH<7)

$$FeS_2 + 15/4 O2 + 7/2 H_2O \longrightarrow Fe(OH)3 + 2SO_4^{2-} + 4H^+$$
 (3)

La génération du DMA est très lente au début mais une fois le processus lancé, elle s'accroît au fur et à mesure que ces conditions s'approchent de celles de la 3ème phase (Bussière et al. 2005, Potvin, 2009).



#### Figure 1. 3: Étapes de formations du DMA

La présence des minéraux neutralisants (Calcite, Dolomite...) peut jouer un rôle important dans l'ampleur de génération de DMA. En effet, ces minéraux réagissent avec l'acide sulfurique formé lors de l'oxydation des sulfures pour les neutraliser (Sherlock et al. 1995). Parmi les

facteurs influençant la vitesse de formation du DMA, nous citons : le pH, la température, la quantité d'oxygène présente dans l'air, le degré de saturation en eau, la présence d'ions Fe3+, l'activité bactérienne, la granulométrie du matériau, le type et la quantité de minéraux sulfureux et la contribution des minéraux neutralisants.

## **1.3 Prédiction du comportement géochimique des rejets miniers**

La prédiction du comportement géochimique des rejets miniers et de leur potentiel de génération de drainage contaminé est d'une importance capitale pour la prévention contre les pollutions qu'engendrent ces rejets. En effet, la prévision est de loin préférable au traitement, elle permet une gestion efficace des travaux effectués et de repérer l'emplacement des déchets potentiellement dangereux (Plante et al. 2012). Le diagnostic et la caractérisation géochimique sont portés sur trois éléments :

- Diagnostic sur la source potentielle du DMA : la roche et le milieu encaissant.
- Diagnostic sur le vecteur de pollution : l'eau qui circule dans la mine.
- La cible de la pollution : le cours d'eau récepteur et/ou le terrain.

#### 1.3.1 Diagnostic sur la roche et le milieu encaissant

La caractérisation géochimique de la roche est réalisée à l'aide de plusieurs essais statiques, cinétiques et d'extraction, ces derniers ont pour but principal la prédiction du comportement géochimique de la roche et leur capacité à générer de l'acidité.

#### 1.3.1.1 Essais statiques

Ces essais sont plutôt efficaces pour la détermination du potentiel de génération d'acidité, ils consistent à faire un bilan entre le potentiel de génération d'acidité (PA) et le potentiel de neutralisation d'acidité (PN). Ces essais peuvent être réalisés dès les premiers travaux de caractérisation d'un gisement, avec l'évolution des limites du gisement ou la découverte de nouvelles zones à exploiter (Bouzahzah et al., 2013).

On peut distinguer 3 types de tests généralement utilisés par l'industrie minière :

- Les tests NAG (Net-Acid Génération tests);
- Les tests statiques chimiques ;
- Les tests statiques minéralogiques.

Les tests statiques chimiques et minéralogiques se déroulent généralement en deux étapes distinctes, la détermination du PA, reliée à la présence des minéraux générateurs d'acidité (Acidogènes) et la détermination du PN associée aux minéraux neutralisants (acidivores).

#### Les tests NAG : (Räisänen et al. 2010, Morin & Hutt 1999)

Ces tests sont réalisés en une seule étape, fournissant ainsi le PA et PN. Les sulfures présents dans l'échantillon sont oxydés à l'aide de peroxyde d'hydrogène (15% m/V) ; l'acide produit est neutralisé par les minéraux neutralisants présents dans l'échantillon. Le pH final mesuré renseigne sur le potentiel de génération d'acide, si le pH est inférieur à 4,5 l'échantillon est potentiellement générateur d'acide. On peut distinguer plusieurs variantes pour cet essai :

- Essai NAG statique : une seule addition de peroxyde
- Essai NAG séquentiel : plusieurs additions de peroxyde
- Essai NAG cinétique : le pH et la température sont mesurés au cours des réactions d'oxydation et de neutralisation.

L'analyse du liquide est recommandée pour la réalisation des essais NAG, cela pour but de cibler les éléments chimiques susceptibles d'être présents dans le DMA.

#### Les tests statiques chimiques

**Essai Sobek :** (Sobek et al. 1978) L'essai Sobek est le premier essai statique chimique qui a été développé. La méthode utilise comme base de calcul du potentiel d'acidification, la teneur de soufre à l'état de sulfure, en considérant qu'il est entièrement sous forme de pyrite. Le PA est donné généralement en Kg de calcite par tonne de matériel (éq 4), il correspond à la quantité de calcite nécessaire pour neutraliser l'acide produit par la réaction d'oxydation de la pyrite. Le PN quant à lui est déterminé à partir de l'équation 5. La fraction PA/PN nous permettra alors de savoir si l'échantillon est générateur ou non d'acidité

$$PA = 31,25.S_{\%}$$
 (4)

$$PN = \frac{\text{Normlité HCl x volume} - (\text{Normalité NaOH x volume})\text{masse de l'échantillon}}{\text{masse de l'échantillon}} \ge 50$$
(5)

**PNC :** (Norecol, 1991 ; Lawrence et al. 1989 ; Frostad et al. 2003), La méthode PNC dite des carbonates est une méthode simple pour la détermination du PN. Elle est basée sur la teneur totale en carbone inorganique de l'échantillon obtenu par analyse chimique.

Cette méthode peut sous-estimer le pH de l'échantillon car elle ne prend pas en compte le potentiel neutralisant, qui peut être apporté par les silicates reconnus neutralisants dans plusieurs études. Dans certains cas, elle risque aussi de surestimer de manière considérable le potentiel neutralisant de l'échantillon s'il contient des carbonates de fer et de Mn tels que l'ankérite, la sidérite ou la rhodochrosite.

A titre d'exemple, la présence de sidérite pure (FeCO3), considérée comme un carbonate non neutralisant (Li et Bernier, 1999; Paktunc, 1999b; Barnes et al. 2009;), amène une surestimation du PNC proportionnellement à la quantité de sidérite présente dans l'échantillon. En 2012, Plante et al proposent une modification de la méthode en tenant en compte de la teneur en sidérite (% massique) de l'échantillon. La nouvelle méthode est appelée PNCC (Pouvoir de neutralisation des carbonates corrigée).

#### 1.3.1.2 Les tests statiques minéralogiques

Ces tests sont établis par plusieurs scientifiques (Lapakko, 1994; Lawrence and Scheske, 1997; Li, 1997; Paktunc 1999 a; Paktunc, 1999 b, Plante et al. 2012), ils proposent des calculs basés sur la sommation des contributions individuelles de chaque minéral dans la production de l'acidité et sa neutralisation, donnant ainsi, selon ces auteurs, une estimation plus fiable des PA et PN. Lapakko (1994) propose une méthode simple basée principalement sur la participation de la magnésite et de la calcite considérées comme les seuls éléments responsables de la neutralisation. Cette méthode ne prend pas en compte les autres minéraux carbonatés et les silicates neutralisants. Kwong (1993) a utilisé la réactivité des minéraux pour le calcul du taux de réactivité à pH égal à 5. Ces valeurs ont été utilisées dans une seule formule pour le calcul du PA et PN. La réactivité des minéraux a été aussi prise en compte par Lawrence et Scheske (1997) et (Li, 1997), mais ces derniers n'ont pas intégré la présence des éléments chimiques oxydables dans les minéraux neutralisants à savoir le Fe et le Mn dans les carbonates.

Le calcul du PN intègre la somme des coefficients stœchiométriques (Ci) dans les cations chimiques non oxydables contenus dans les minéraux neutralisants comme la calcite, dolomite, ankerite et autres (Paktunc 1999 a). Plante et al. (2012) utilisent ce coefficient (Ci) pour

proposer une modification du calcul du PN par la méthode de Lawrence et Scheske (1997). La prise en considération du coefficient Ci implique que si une sidérite, par exemple, contient du Ca et du Mg en substitution avec le Fe, le PN de la sidérite n'est pas nul, mais il est proportionnel à la quantité de la substitution du Fe par le Ca et le Mg.



Figure 1. 4: pouvoir neutralisant en fonction de CO2 (wt%)

En 2013, Bouzahzah et al ont proposé une version modifiée de la méthode de Paktunc (1999) pour le calcul du PA, et cela par l'introduction de la réactivité des minéraux sulfureux (chalcopyrite, sphalérite, arsénopyrite et galène).

#### 1.3.1.3 Essais cinétiques :

Contrairement aux essais statiques qui fournissent des résultats plus au moins qualitatifs, les essais cinétiques eux donnent des résultats représentatifs du comportement des rejets à long terme mais prennent beaucoup plus de temps (de quelques semaines à 2 ans, voire plus, selon le type d'essai et les objectifs recherchés).

Le concept principal de ces essais est de simuler une alternance naturelle et accélérée des rejets, soit en laboratoire avec un milieu contrôlé soit dans des conditions naturelles sur le terrain.

Ils permettent également de renseigner sur la qualité du drainage du matériau de même que sur les taux des réactions d'oxydation/neutralisation et, éventuellement, d'évaluer les phénomènes de précipitations secondaires qui peuvent avoir lieu durant le test. Selon le type de dispositif utilisé, il existe plusieurs types d'essais cinétiques, à savoir : Les tests en colonnes, les cellules humides et les parcelles de terrain (Lawrence, 1990; Price, 1997; Lapakko et White, 2000; Frostad et al., 2002; Bowell et al., 2006; Sapsford et al., 2009; Plante, 2012).

#### Essais en cellules humides (Normés par l'ASTM (ASTM D 5744-96, 1998 ; 2007)

L'essai en cellules humides est le plus utilisé dans l'industrie minière, il est réalisé en laboratoire afin de prédire la génération du DMA en comparant les taux de génération d'acide (taux d'oxydation des sulfures) et ceux de neutralisation d'acide.

# Essai en mini cellule d'altération : (Villeneuve, 2004; Villeneuve et al., 2009; Bouzahzah et al., 2014a, b)

Ce sont des versions réduites des essais en cellules humides .Les conditions de ces essais sont légèrement plus agressives que les cellules humides (Villeneuve, 2004; Villeneuve et al., 2009), mais suffisamment proches pour en justifier leur substitution lorsque les quantités de matériels sont limitées.



Figure 1. 5: Schéma du montage de l'essai en mini-cellule d'altération (Amar, 2020)

#### Essai en colonnes :( Lawrence 1991)

Ces essais peuvent être adaptés selon les objectifs vu qu'ils ne sont pas normés (Dagenais, 2005 ; Demers, 2008 ; Pouliot, 2019 ; Kalonji, 2020). Ils peuvent être réalisés à divers degrés de complexité technique, entre la simple déposition des stériles sur une plaque perforée surmontée d'un géotextile, jusqu'à la mise en place d'une plaque céramique poreuse en pied de colonne, permettant de contrôler le niveau phréatique dans la colonne. Leurs résultats sont représentatifs lorsque la mise en place des matériaux est identique et cela malgré le fait qu'ils ne sont pas normés.



Figure 1. 6: Coupe verticale d'une colonne



Figure 1. 7: Essais en colonnes (Ethier ,2011)

#### **Essais d'extraction :**

Les essais d'extraction sont des essais permettant d'extraire les constituantes lixiviables dans les conditions auxquelles on soumet les échantillons. Le principe de ces essais est d'exposer les échantillons à une solution de lixiviation durant un certain temps de quelques secondes à quelques jours, avec ou sans agitation. La solution lixiviante peut être de l'eau ou une solution contenant différents agents d'extraction (généralement différents acides) quant à l'échantillon, il peut être présenté sous forme de poudre ou être directement la paroi d'une galerie de mine ou d'une fosse à ciel ouvert. Les essais TCLP et SPLP (méthodes EPA 1311 et 1312; USEPA,1996), le CTEU-9 (CEAEQ, 2012), le MWMP (Meteoric Water Mobility Procedure; Nevada Mining Association, 1996) et le Special Waste Extraction Procedure (SWEP) (Province of British Columbia, 1992) sont les essais d'extraction les plus utilisés.

#### **1.3.2 Diagnostic sur l'eau circulant dans le site :**

Avant le lancement de chaque activité minière, une connaissance complète des conditions hydrogéologiques est nécessaire. Ces informations sont obtenues à partir de plusieurs mesures et analyses :

- Relevés piézométriques sur le site pendant au moins un an :
- L'inventaire des exutoires pendant au moins une année (nombre, localisation, débit)
- L'inventaire des utilisations de l'eau sur le site ainsi qu'en amont et en aval :
- La mesure du débit d'étiage des rivières du bassin versant ;

- L'observation de la pluviométrie ;
- L'analyse chimique complète des eaux ; la mesure de la perméabilité des terrains.

Les résultats obtenus sont ensuite confrontés à des analyses géochimiques, pétrographiques et minéralogiques. Dans le cas d'apparition de DMA dans l'effluent, la mesure du pH, la conductivité ainsi que la teneur en sels métalliques permettent de déterminer la classe et l'importance du DMA. Les tableaux ci-après résument les normes algériennes relatives aux effluents industriels ainsi que la classe de l'effluent minier acide selon la norme hollandaise.

Éléments	Valeurs limites des paramètres de rejets d'effluents liquides industriels (mg/L)
Cd	0,2
Pb	0,2
Zn	3
Fe	5
Cu	1,5

Tableau 1. 2: Valeurs limites algériennes des paramètres de rejets d'effluents liquides industriels

Tableau 1. 3: classement des eaux d'exhaures en fonction du pH, la conductivité et la teneur en sels métallique

рН	Conductivité µS/cm	nombre de teneur en sel métallique supérieure au norme	classe du DMA
<4	>1000	2	Ι
4 <ph<5< td=""><td>&gt;750</td><td>3</td><td>П</td></ph<5<>	>750	3	П
5 <ph<6< td=""><td>&gt;500</td><td>2</td><td>III</td></ph<6<>	>500	2	III
>6	<b>≦</b> 500	1	IV

Tableau 1. 4: Diagnostic sur l'effluent en fonction de la classe.

Classe	Diagnostique
Ι	Drainage acide avéré
II	Drainage acide en développement confirmé
III	Drainage acide en potentiel développement
IV	Pas de risque de drainage acide

#### 1.3.3 Diagnostic sur le cours d'eau récepteur et/ou le terrain

Le diagnostic est porté cette fois sur le cours d'eau récepteur ou/et sur le milieu naturel ciblé par la contamination. Des mesures sont ainsi faites pour déterminer la sensibilité d'origine du site et l'impact environnemental futur sur ce dernier.

Une analyse biochimique des eaux est réalisée pour la détermination des populations biologiques présentes. De nouvelles méthodes informatiques faisant appel aux probabilités et à la modélisation permettent également de prédire l'effet d'un éventuel DMA sur la faune et la flore. De plus, plusieurs méthodes ont été développées afin de détecter et de cartographier les sites atteints par des contaminations à l'aide de techniques magnétiques radiométriques spectroscopiques dans le visible et l'infrarouge. (Twining et al., 2000)

# **1.4 Gestion intégrée des rejets miniers (méthodes de contrôle et neutralisation)**

La gestion intégrée vise à optimiser les stratégies de gestion des rejets miniers et à minimiser les impacts négatifs sur l'environnement en adaptant plusieurs méthodes de prévention et de contrôle du DMA (Skandrani, 2019).

#### 1.4.1 Désulfuration

Cette technique consiste à obtenir une fraction non génératrice d'acidité ayant un potentiel de neutralisation (PN) supérieur à son potentiel d'acidification (PA) et une deuxième fraction caractérisée par un PA élevé (Benzaazoua, 2000, Merchichi, 2022).

La désulfuration se fait la plupart du temps par la flottation non sélective des minéraux sulfurés, elle différencie entre les minéraux hydrophiles qui restent dans la pulpe, et les minéraux hydrophobes qui se concentrent dans la mousse au sommet de la cellule de flottation. La désulfuration mène à la création d'une fraction résiduelle non génératrice pouvant être valorisée (Bussière et al., 1998; Aubertin et al., 2002b; Bussière et al., 2002) et d'une fraction concentrée en sulfures. Cette dernière pourra être gérée plus facilement du fait de son moindre volume, par exemple en incorporant comme remblai en pâte souterrain, soit par stockage en surface localisée dans des zones aménagées en fonction de son haut potentiel de génération acide (Benzaazoua et al., 1999; Benzaazoua et al., 2000b), ou bien encore en tant que matière première à la production d'acide sulfurique (Tugrul et al., 2003). Le rejet désulfuré peut être valorisé dans des couvertures de type CEBC (Bussière et al., 1998; Bussière et al., 2004, Mermillod-Blondin et al., 2005b).



 

 Tableau 1. 5: Schéma illustrant le principe à la base de la désulfuration environnementale d'un rejet de concentrateur (d'après Boiet al., 2005

#### 1.4.2 Bactéricide

La présence des bactéries favorise la génération d'acide lors du processus d'oxydation des sulfures en jouant un rôle de catalyseur (Nordstrom, 2000). Comme mentionné dans les titres précédents, certaines bactéries contribuent à la production de DMA en augmentant la vitesse de certaines réactions. Donc en principe, l'élimination des bactéries réduit la vitesse de génération de DMA, et pour cela on peut utiliser différents types de bactéricides tels des surfactants anioniques, des acides organiques et des agents de conservation alimentaires. Toutefois, la faible efficacité de ce type de traitement à grande échelle et l'obligation de répéter régulièrement les applications limite son intérêt pratique (SRK 1991; Ouangrawa, 2007).

#### 1.4.3 Couverture aqueuse

La présence d'oxygène est parmi les trois composantes essentielles pour la génération du drainage minier acide. La couverture aqueuse consiste à éliminer au maximum la quantité d'oxygène qui peut atteindre les résidus. Il s'agit d'un entreposage de résidus dans des lacs naturels ou artificiels assuré par la construction de digues (Kachhwal et al., 2013). Il est à noter que cette technique est limitée car pendant la période de sécheresse, le niveau d'eau peut diminuer donc l'oxygène s'infiltre ce qui peut provoquer la remise en solution de quelques éléments métalliques.

#### 1.4.4 Couverture imperméable

Il s'agit d'une technique qui imperméabilise et empêche l'infiltration d'eau vers les rejets miniers. Afin d'appliquer cette technique, des matériaux naturels ou synthétiques tels que L'argile, le sable, les graviers, les ciments et le calcaire peuvent être utilisés.

#### 1.4.5 Couverture monocouche et couverture multicouche

Pour la couverture monocouche, la montée du niveau de l'eau est utilisée pour maintenir un degré de saturation suffisamment élevé dans les rejets au-dessus de la nappe phréatique, via des capillaires pour éviter l'oxydation. (Ouangrawa et al., 2010).

Les couvertures multicouches est une technique utilisée généralement pour limiter l'infiltration d'eau et le flux d'oxygène. Des systèmes encore plus complexes (comprenant jusqu'à 10 couches différentes ; e.g. Hutchison et Ellison, 1992 ; Aubertin et al., 1995) sont quelques fois construits, mais il est plus fréquent que la couverture soit plus simple, et comporte moins de cinq couches.



Figure 1. 8: Composantes d'un recouvrement multicouches (adaptée de Aubertin et al., 1995, 1999, 2002a)

Les recouvrements multicouches impliquent l'utilisation de différents matériaux, répartis en trois grands groupes :

- les matériaux naturels : sols (argile, sable, silt, gravier), roches concassées ou broyées ;
- les matériaux synthétiques : géotextiles, géomembranes, bitumes, ciments, etc. ;
- les matériaux composites : principalement les géo-composites bentonitiques;
- autres (rejets d'autres industries, par exemple)

#### 1.4.6 Amendement alcalin

L'amendement alcalin est l'une des techniques les plus courantes pour lutter contre le DMA. Créée en 1997 par Lapakko et al. et modifiée en 1998, 2000 et 2005 par Skousen Lapakko et Barrie et Hallberg. Elle consiste à mélanger les résidus contaminés générateurs de DMA avec des matériaux alcalins dans le but de diminuer l'évolution du DMA et le neutraliser. Différents matériaux sont utilisés par l'industrie minière dans le but de réduire l'acidité et le taux de métaux lourd des sols contaminés, nous citons :

#### 1.4.6.1 Les carbonates de calcium et de magnésium

Ce sont les matériaux les plus utilisés. Le calcaire est une ressource coûteuse, et son efficacité peut être limitée dans le temps par sa faible solubilité ce qui conduit à la formation d'une couche d'hydroxydes sur les surfaces. Les sous-produits industriels peuvent s'avérer aussi d'une efficacité intéressante pour la neutralisation du DMA et cela non seulement d'un point de vue performance mais aussi d'un point de vue économique. Parmi ces sous-produits, on retrouve :

#### 1.4.6.2 Les cendres volantes produites par la combustion du charbon

Issues des centrales électriques, elles sont caractérisées par leur capacité à augmenter le pH, réduire la teneur en sulfates et immobiliser les métaux lourds. Cependant, Pérez-López et al. (2007) constatent que la capacité des cendres volantes à retenir les métaux diminue quand le pH est plus faible, ce qui peut causer un relargage.

#### 1.4.6.3 Les poussières de four de cimenterie (CKD Cement Kiln Dusts)

Elles sont produites lors de la fabrication du ciment portland et peuvent être utilisées comme amendement pour lutter contre le DMA (Mehling et al., 1997; Lapakko et al., 2000; Doye, 2005, source récente). Elles réduisent plus efficacement l'acidité du DMA que les calcaires étant donné leur finesse de grains et de la grande réactivité de la chaux (CaO) qui, après sa dissolution, permet l'obtention d'un pH de 12,4.

#### **1.4.6.4** Les boues rouges

Ce sont des sous-produits alcalins de l'industrie de l'aluminium, malgré leur capacité à diminuer l'acidité, leur efficacité à long terme est incertaine. Des études portées par Paradis et al. (2007) ont démontré que l'ajout de saumure (salinité de 33 %) aux boues rouges permet une neutralisation de l'acidité à plus long terme. Les boues rouges contiennent une quantité importante d'oxydes et d'hydroxydes de fer et d'aluminium ce qui leur donne une grande capacité de rétention des métaux par adsorption.

#### 1.4.6.5 Boues alcalines de l'industrie papetière :

Ces boues sont caractérisées par leur capacité à augmenter l'alcalinité et le pH, de réduire l'activité bactérienne et d'immobiliser les métaux lourds.

#### 1.4.6.6 Les phosphates

L'ajout des phosphates peut aussi être utilisé pour la stabilisation des métaux lourds dans les sols contaminés et cela malgré leur manque d'effet neutralisant. Ils permettent de précipiter par complexassions les minéraux phosphato-métalliques ayant une faible solubilité. Une étude menée par Eusden et al. (2002) a démontré qu'il se forme diverses phases phosphato-métalliques, ce qui tend à réduire fortement la concentration des métaux lourds dans l'eau interstitielle (principalement Pb<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, et Cu<sup>2+</sup>). Ils précipitent aussi le fer ferrique (Fe<sup>3+</sup>) sous forme de phosphates de fer, ce qui mène à la réduction de l'oxydation indirecte de la pyrite par le Fe<sup>3+</sup>.

L'étude réalisée par Merchichi (2022) démontre l'efficacité des matériaux phosphatés de la mine de Djebel Onk pour le contrôle du drainage minier acide généré par l'exposition des résidus miniers de Sidi Kamber à la succession des saisons climatiques. Des tests cinétiques en cellules humides ont été réalisés, contenaient des résidus de Sidi Kamber mélangés à des matériaux phosphatés (stériles d'exploitation, minerai de phosphate brut à faible teneur et des résidus de traitement). Les expérimentations ont indiqué que les matériaux étaient adéquats pour immobiliser le Pb, Zn, Cu et Fe et empêcher leur circulation à travers les résidus.

L'industrie minière fait face à un certain nombre de difficultés pour évoluer vers un développement durable (Azapagic, 2004). Les sociétés minières utilisent ce concept en prenant en compte la composante environnementale et sociale de leurs projets (Bhattacharya, 2000).

Pour atteindre la rentabilité en maintenant la qualité de l'environnement et en assurant la croissance économique le développement durable porte sur trois (3) points essentiels à savoir (Redclift, 2005) :

#### Équité intergénérationnelle

La nature non renouvelable des ressources extraites d'une mine la fait paraître non durable (Yu et al., 2005). L'intégration du DD dans un cycle minier avec cet aspect non durable est un gros challenge. Les propositions dans ce contexte visent à prolonger au maximum la durée de vie de la mine. Cependant, cette expansion peut entraîner des impacts environnementaux et sociaux négatifs (Wellmer et BeckerPlaten, 2002).

Réduire le taux d'épuisement des réserves exploitées grâce au recyclage des métaux permet de prolonger la durée d'exploitation des réserves et d'améliorer l'efficacité économique (Haibin et Zhenling, 2010). Le recyclage permet d'économiser d'énormes quantités d'eau et d'énergie et réduire les émissions de gaz à effet de serre qui engendrent la dégradation de l'environnement.

#### Maintien d'un environnement sain durant le cycle du projet minier

La gestion efficace des sites miniers passe par l'utilisation rationnelle des ressources et la réduction des impacts de l'exploitation minière. La réhabilitation de la mine est un autre défi pour la société minière lors de la fermeture de la mine. Elle peut ne consister qu'en une stabilisation et une mise en état de la zone, ou bien en un simple reverdissement, mais elle peut aller jusqu'à la restauration écologique. Cela doit être fait de manière progressive (Zhang et al., 2011) dans le cadre d'un plan de fermeture révisé avant même le début de l'exploitation minière.

#### Développement durable et bien-être sociétal

La création d'un héritage communautaire durable est un défi car la participation communautaire au développement durable est à la fois directe (fournir des emplois et des services) et indirecte (contribuer au développement d'autres entreprises locales).

L'adoption du développement durable dans ce contexte passe par l'identification des parties prenantes concernées afin d'établir un environnement d'échange, de communication et de transparence concernant les impacts générés (culturels, sociaux, économiques et environnementaux) pendant la période d'exploitation jusqu'à sa fermeture.



Figure 1. 9: Développement durable dans le domaine minier (Amar, 2020)

A travers ce chapitre nous avons exposé des notions générales sur l'industrie minière et la façon d'aborder les problèmes écologiques qu'elle engendre à travers les rejets qu'elle produit. Les informations collectées et citées dans ce chapitre vont nous servir de base et de référence théoriques pour la suite de notre étude
# CHAPITRE 2 PRÉSENTATION DU SITE D'ÉTUDE

#### **CHAPITRE 2 : Présentation du site d'étude**

#### 2.1 Localisation géographique

Le district minier abandonné de Kef Oum Teboul (KOT), est situé dans le nord-est de l'Algérie, à 15 km à l'Est de la ville d'El Kala (wilaya d'El Tarf), dans une zone classée par Ramsar comme réserve de biosphère depuis 1990. La région est limitée par la frontière tunisienne au sud et à l'est, par la mer au nord et la réserve d'El Kala (le lac Tonga) à l'ouest.



Les coordonnées géographiques du gisement Kef Oum Teboul d'après le quadrillage Kilométrique Lambert (Nord Algérie) sont :

Tableau 2. 1: Localisation géographique de la mine de Kef Oum Teboul (Google Earth)

Latitude	Longitude
40 <sup>G</sup> 98 <sup>C</sup> 00 <sup>CC</sup>	6 <sup>G</sup> 92 <sup>C</sup> 55,0 <sup>CC</sup>
40 <sup>G</sup> 98 <sup>C</sup> 29,5 <sup>CC</sup>	6 <sup>G</sup> 93 <sup>C</sup> 66,6 <sup>CC</sup>
40 <sup>G</sup> 98 <sup>C</sup> 04,5 <sup>CC</sup>	6 <sup>G</sup> 95 <sup>C</sup> 57,5 <sup>CC</sup>
40 <sup>G</sup> 96 <sup>C</sup> 95,5 <sup>CC</sup>	6 <sup>G</sup> 94 <sup>C</sup> 37,5 <sup>CC</sup>

#### 2.2 Hydrographie et hydrogéologie

La zone de Kef Oum Teboul fait partie du bassin d'Oued el Eurg qui se jette dans la Méditerranée près de Messida à l'aide d'un canal qui sert de déversoir au lac Tonga. La zone, à cause de son climat méditerranéen, se caractérise par une pluviométrie importante qui alimente les eaux souterraines.



Figure 2. 2Schéma orohydrographique de la région deKef Oum Teboul (SONAREM, 1971).

#### 2.3 Contexte géologique

La région fait partie de l'ensemble géologique du Tell-algérien nord oriental qui s'étend de la région Constantinoise à la frontière algéro-tunisienne, et qui possède l'une des structures les plus plissées et les plus compliquées de l'Afrique du Nord.



*Figure 2. 3: Extrait de la carte géologique de la région de kef-oum Teboul (Vila, 1980)* 

#### Lithostratigraphie de la zone de gisement :

Le socle cristallophyllien (substratum) est constitué principalement par des gneiss qui représentent les roches les plus anciennes de la région, et ils sont les mêmes qui constituent la partie orientale du massif de l'Edough, Les roches d'âge Eocène et Oligocène sont essentiellement les roches qui constituent le gisement de Kef Oum Teboul, elles sont caractérisées comme suit :

- Eocène supérieur Priabonien (Argiles du Numidien) :
- 1. Schistes peu cristallins : ils forment avec les argiles le noyau d'un anticlinal local où se situent les principales failles minéralisées. leur pendage est de 10 à 30° vers le nord, Nord-Ouest ou bien Sud-Est. Ils sont caractérisés par une couleur noire à grise-noire, sont compacts, très durs et avec une schistosité très nette.
- 2. Argilites : la structure de ces argiles est en général alevrolitique ou alevrolit-pélitique, le ciment qui s'y trouve est argileux et de type basal. Ces argiles sont de couleur gris, verdâtre ou noires, très compactes avec une schistosité nette et des cassures irrégulières. Elles sont composées essentiellement de : quartz, minéraux argileux, chlorite, muscovite.

#### • Oligocène inférieur (grès du Numidien)

- 1. Les alevrolites : Elles sont très compactes et possèdent une schistosité assez nette. Les alevrolites de la région sont de composition argileuse ou gréseuse. A noter que des couches de grès très minces viennent souvent intercaler les alevrolites.
- 2. Les grès : les grès de la région se caractérisent par leur dureté, ils sont bien consolidés et avec cassures irrégulières. Ils sont généralement des grès quartzeux. Ils affleurent dans les secteurs NE, N et SW du gisement. Ces grès possèdent une couleur jaune, grisâtre et très souvent avec des taches ferrugineuses, qui leur donnent une coloration rougeâtre.
- 3. Conglomérats : ils sont observés dans les grès généralement dans la partie occidentale du gisement et se trouvent rarement dans la partie Est et Nord-Est de la région. Ils se présentent souvent sous une couleur grise, rougeâtre ou bien jaunâtre, les conglomérats sont bien consolidés et sont généralement constitués de morceaux de quartz et quartzites, muscovite et zircon.

#### 2.4 Minéralisation :

La minéralisation de la mine de Kef Oum Teboul représente une morphologie filonienne qui montre trois systèmes de fractures de directions principales Est- Ouest (N70°- N85°), Nord-Ouest (N120°) et NNE-SSW (N10°-N15°). Les filons sont organisés de la manière suivante : La zone Sud, le filon du mur, le filon principal, le filon de la faille, le filon de fluorine et le filon A en position subparallèle.



Figure 2. 4: Coupe transversale du gisement de Kef Oum Teboul (SONAREM, 1965-1966).

#### 2.4.1 Les filons :

D'après le rapport de SONAREM, la description des filons est comme suite :

**Filon principal :** Encaissé dans des roches gréseuses et argilo-gréseuses et faisant 1800 m de long, 591 m à la verticale et 2 m de puissance en moyenne. Ce filon se trouve dans le versant Est, Sud et Sud-Ouest du mont Kef Oum Teboul, sa direction principale est de N80° et N85° avec un pendage de 50° à 75° vers le Nord-Nord-Ouest. Selon les analyses portées par SONAREM en 1971 le filon présente plusieurs sources de sulfures notamment la pyrite, arsénopyrite, chalcopyrite, l'oligiste spéculaire, sphalérite, pyrrhotite, bornite, cuivre gris, marcasite, galène et graytonnite. D'après plusieurs travaux, les teneurs les plus importantes de minéraux se trouvent dans l'intersection du filon principal avec les autres filons où se sont formées les colonnes minéralisées, à savoir : la colonne orientale, la colonne centrale et la colonne occidentale.

**Le filon de la faille :** Ce filon est situé entre 90 et 120 du filon principal dans le flanc méridional du mont Kef Oum Teboul. Il se caractérise par une longueur de 1700 m et une profondeur de 450 m. Il représente une minéralisation semblable à celle du filon principal, celle-ci se distingue par la présence de rares phénocristaux, de nids et plus rarement de veinules. Les minéraux présents dans ce filon sont : la chalcopyrite, la pyrite, la sphalérite et la galène. Cette minéralisation est irrégulière en direction et en profondeur, elle présente des teneurs peu élevées ce qui rend le filon sans intérêt pratique. Le filon a en moyenne : Cu= 1.45%, Zn= 1.75% et Pb= 0.70%.

**Le filon fluor :** Il se situe à 190 à 210 m au Nord du filon principal, de 1300 m de longueur pour une direction E-W, avec un angle d'inclinaison de  $60^{\circ}$ - $80^{\circ}$  au Nord. Ce filon représente une épaisseur de 0.33 m en moyenne d'après les sondages effectués. Il est constitué en surface d'un faisceau de minces veinules de quartz et de géodes de quartz avec des cristaux de fluorine, dans des grès quartzeux solidifies. Les teneurs présentes dans ce filon sont Cu= 0.25-3.57%, Zn= 0.12- 24.85%, Pb= 0.05- 9.95% et Ag= 246 g/t.

Le filon cuivre : Il a une longueur de 800m, une direction NW-SE (110°-120°) et un pendage de 55° à 65° vers le NE. Le filon est constitué de deux compositions minéralogiques, une dans la partie NW composés de minces filonnets de quartz à limonite dans les grès quartzeux, l'autre dans la partie SE représentée par des argiles faiblement limonitisées. Les

concentrations sont essentiellement Cu= 0.03 - 1.68%, Zn= 0.80 - 4.75%, Pb= 0.15 - 5.0%. Le filon A : Il est prospecté en surface sur une longueur de 500m avec une direction NE- SW  $(40^{\circ}-60^{\circ})$  et un plongement de  $75^{\circ}-80^{\circ}$  vers le NW. Il se situe à 230-250 m au Nord du filon principal. Ce filon présente une minéralisation en dissémination de pyrite et concentration des ocres de Pb et de Zn dans les filonnets quartzeux. Les teneurs en éléments utiles sont les suivantes :

Cu= 0.15- 0.29%, Pb= 0.28 - 0.65%, Zn= 2.88- 4.16% et plus de 100 g/t d'Ag.

**Le filon du mur :** Il se trouve à 10m de profondeur et se situe au sud du filon principal. Il est caractérisé par une minéralisation très irrégulière et composé par des veinules très denses de quartz et de quartz-carbonates recoupant les schistes peu cristallisés. Les teneurs présentées par ce filon sont : cuivre 2,01 % ; zinc 0,40 % ; plomb 0,70 %, remarquant une baisse de la teneur en zinc.

#### 2.4.2 Composition minéralogique du gisement

On peut distinguer trois groupes de composition minéralogique différente :

-Minéraux métallifères primaires.

-Minéraux métallifères secondaires.

-Minéraux non-métalliques (minéraux de la gangue).

Les minéraux métallifères primaires	Les minéraux métallifères secondaires	Les minéraux non- métalliques
<ul> <li>-magnétite</li> <li>-oligiste spéculaire -scheelite</li> <li>-wolframite</li> <li>-pyrite</li> <li>-marcassite</li> <li>-chalcopyrite</li> <li>-sphalérite</li> <li>-galène</li> <li>-arsénopyrite</li> <li>-pyrrhotite</li> <li>-bournonite</li> <li>-tétraédrite</li> <li>-tennantite</li> <li>-sulfosel du bismuth - greytonite</li> </ul>	-chalcosite -covelline -azurite -malachite -anglésite -cérusite -smithsonite -goethite -hydrogoethite	-hédenbergite -chlorite -épidote -quartz -séricite -kaolins -sidérose -calcite -ankérite -barytine -fluorine -zéolite

Tableau 2. 2: Les trois groupes de composition minéralogique

#### **2.5 Conditions climatiques**

La zone de Kef-Oum Teboul se caractérise par un climat méditerranéen, subtropical, un été sec et chaud et un hiver pluvieux et relativement doux. La moyenne annuelle des précipitations est de l'ordre de 700 à 800 mm, où le maximum est enregistré au mois de décembre et janvier (90mm). Ceci permet de classer la région d'Oum Teboul parmi les zones humides.

#### 2.6 Traitement et exploitation

#### 2.6.1 Historique

L'exploitation du gîte de la mine de Kef Oum Teboul débuta en 1849. En 1857, les travaux de creusement ont commencé au niveau du travers banc "saint barbe" mettant ainsi en œuvre les niveaux d'exploitation. Les travaux se sont arrêtés en 1873 à cause de problèmes techniques, ils ont repris quelque temps après aux niveaux 6 et 10 du travers banc "saint barbe". L'exploitation était concentrée principalement sur le filon principal notamment dans les Colonnes Centrale, Ouest et Est. En 1889, une installation de grillage a été mise en œuvre se composant de 3 fours.

Dans la période de 1849 à 1893, la mine de Kef Oum Teboul a réussi à produire environ 285 000 tonnes de minerai. Après l'arrêt des travaux en 1893 à cause des éboulements, la mine a été remise en marche en 1899 par la société minière de Kef Oum Teboul, qui a produit en cette même année

- 5 777 tonnes de cérusite avec 650 g/t Ag et 7 g/t Au;
- 6 971 tonnes de chalcopyrite;
- 2 294 tonnes de galène;
- 3 904 tonnes mixtes de galène + blende.

Le syndicat Rochette a pris en charge la mine de 1907 à 1914. L'extraction du minerai de cuivre fut enrichi de 5% jusqu'à 17-20%, cela grâce à l'installation d'une usine de flottation en 1913 d'une capacité de 50 tonnes par jour. Les concentrés obtenus contenaient 1 kg d'argent (Ag) par tonne de concentré et 20 grammes/t d'or (Au). Durant cette période la mine a produit :

- 429 t d'oxyde de plomb
- 13 t de mixte galène + blende
- 13 000 t de minerai à 5% du cuivre, passé par la fonderie à la Messida.

Les travaux se sont encore arrêtés à cause du déclenchement de la première guerre mondiale jusqu'à la fin de la deuxième. En 1941, une société minière de Penarroya SONAREM et avec l'aide d'une mission bulgare, ont essayé de remettre en marche la mine mais sans succès car les travaux ont été touchés par les venues d'eau. Depuis 1945 la mine a été abandonnée.



Figure 2. 5: Localisation de la laverie et de la fonderie par rapport à la mine de Kef Oum

#### 2.6.2 Laverie

Le minerai extrait de la mine de Kef Oum Teboul était dirigé vers une laverie dans le but d'éliminer les stériles (argiles, quartz et haloysite) et ainsi enrichir le minerai de cuivre, cela à travers plusieurs opérations de lavage et de broyage. Les teneurs en silice sont abaissées par lavage de 45% à 15% pour le minerai de la colonne de l'Ouest, et de 15% à 6% pour le minerai de la colonne du centre et de l'Est. Les minerais de dimensions inférieures à 1mm qui ne peuvent pas être traités dans les bacs à pistons sont acheminés dans des Spitzkasten à courant d'eau ascendant, qui alimente deux tables Wilfley. Celles-ci permettent de produire un pourcentage de 6 à 7% de cuivre. Les stériles séparés par les deux opérations contiennent un pourcentage de 0.5% à 1% de cuivre.

Le minerai est ensuite acheminé vers l'usine de traitement de Messida où il subit un procédé d'extraction par fusion pyriteuse pour finalement donner jusqu'à 20% de cuivre 200g d'argent et 12g d'or par tonne.

# CHAPITRE 3 MATERIELS ET MÉTHODES

#### **CHAPITRE 3 : Matériels et méthodes**

L'objectif de ce chapitre est de présenter le plan méthodologique et expérimental appliqué dans cette étude. La figure ci-après résume toutes les expérimentations effectuées au sein du laboratoire de génie minier de l'Ecole Nationale Polytechnique.



Figure 3. 1: organigramme du chapitre 3

#### 3.1 Prélèvement d'échantillons

Une campagne d'échantillonnage a été réalisée le 16 mars 2022 au niveau du site minier abandonné de Kef Oum Teboul. Onze échantillons ont été prélevés à la pelle et au marteau à environ 10 à 15 cm de profondeur dans 3 différentes zones comme le montre la figure ci-dessous



Figure 3. 2: Localisation de l'échantillonnage effectué au niveau de la mine abandonnée de Kef Oum Teboul

Le tableau ci-dessous recense la localisation ainsi que la description du matériel récolté :

Echar	ntillons	Longitude	Latitude	Couleur	Profondeur de prélèvement	Grosseur
	PO	8° 34' 34.29'' E	36° 52' 8.71'' N	MARRON	10cm	≥2cm
	P1	8° 34' 35.41" E	36° 52' 9.40" N	ROUGE	Sur la surface	Grosse pierre
	P1'	8° 34' 35.41" E	36° 52' 9.40" N	MARRON CLAIR	15cm	≥2cm
Zone	P2	8° 34' 34.87" E	36° 52' 10.27" N	MARRON CLAIR	10cm	≥2cm
1	P2'	8° 34' 34.87" E	36° 52' 10.27" N	MARRON CLAIR	Sur la surface	Grosse pierre
	P3	8° 34' 32.95" E	36° 52' 8.82" N	BLANC	10cm	≤2cm
	P4	8° 34' 30.35'' E	36° 52' 7.97" N	MARRON ET ROUGE	10cm	≤2cm
	P5	8° 34' 31.60" E	36° 52' 8.38" N	JAUNE	10cm	≤2cm
Zone	R1	8° 34' 58.06" E	36° 52' 9.87" N	MARRON	10cm	≤2cm
2	R2	8° 34' 57.06" E	36° 52' 8.87" N	MARRON CLAIR	10cm	≤2cm
Zone 3	V	8° 34' 1.67" E	36° 52' 13.05" N	VERT	10cm	≤5cm

Tableau 3. 1: Descriptifs des échantillons récoltés



Figure 3. 3: Points d'échantillonnages zone 1 (Google Earth)



Figure 3. 4: points d'échantillonnages des Zones 2 et 3 (Google Earth)

#### 3.2 Préparation des échantillons

Les échantillons prélevés furent ensuite conservés dans des sacs en plastique, acheminés jusqu'au laboratoire de génie minier de l'École nationale polytechnique et séchés à l'air libre pendant 2 jours.



Figure 3. 5: Illustration des échantillons utilisés

#### 3.2.1 Préparations mécaniques des échantillons

Pour pouvoir effectuer des tests et des essais sur nos échantillons, l'étape de préparation mécanique est nécessaire surtout pour les échantillons qui présentent une granulométrie grossière. L'échantillonnage est l'étape qui suit la préparation mécanique, elle a pour but d'assurer la représentativité et l'homogénéité de l'échantillon pour obtenir des résultats fiables.

• **Concassage primaire** : Dans le but de réduire la granulométrie de nos échantillons à la dimension désirée, les échantillons P0, P1, P1', P2, P2' ainsi que V ont subi un concassage primaire à l'aide du concasseur à mâchoires de type DRAGON.



Figure 3. 6: Concasseur à mâchoires de type DRAGON

• **Concassage secondaire :** Une deuxième étape de réduction de taille plus avancée qui utilise le produit du concassage primaire et réduit la taille des grains à moins de 10 mm grâce à un concasseur giratoire DENVER.



Figure 3. 7: Concasseur giratoire de type DENVER

#### 3.2.2 Quartage

Les échantillons sont étalés sous forme de cercle et divisés en quatre quarts égaux. Deux quarts opposés sont mélangés et utilisés dans les différents essais, tandis que les deux autres resteront comme témoins.



Figure 3. 8: Méthode de quartage

#### 3.2.3 Echantillonnage automatique

Un échantillonnage intermédiaire s'est effectué à l'aide d'un diviseur d'échantillons à cônes rotatifs de marque RETSCH qui permet de diviser facilement en huit parties représentatives la totalité d'un échantillon initial ; chaque partie étant recueillie dans un flacon de manière séparée.



Figure 3. 9: Diviseur d'échantillons à cônes rotatifs RETSCH.

#### 3.2.4 Broyage

Après concassage et quartage, une partie de chaque échantillon (P, R, V) a été broyée à l'aide d'une pulvérisette de marque FRITSCH. Cette dernière permet d'avoir des granulométries allant jusqu'à moins de  $80 \mu m$ .



Figure 3. 10: Pulvérisette de type FRITSH

#### 3.3 Caractérisation des échantillons

Pour en savoir davantage sur les échantillons qu'on dispose, une caractérisation physicochimique et minéralogique a été effectuée.

#### 3.3.1 Caractérisation physico-chimique

Plusieurs analyses physico-chimiques ont été réalisé :

#### 3.3.1.1 Analyse granulométrique : [norme : NF-P 18-560]

L'analyse granulométrique a pour objectif de déterminer quantitativement la distribution des particules de sol par classes de diamètres et de fournir des fractions granulométriques pour les essais. Cette analyse a été réalisée à travers une série de tamis d'ouvertures décroissantes du haut vers le bas et avec des diamètres compris entre 10 mm et 63 µm.

Les diamètres des différents tamis sont sélectionnés de manière à ce que l'ouverture du tamis doit correspondre à celle du précédent multiplié par  $\sqrt[3]{2}$ = 1,259. De plus, le pourcentage de refus au niveau du premier tamis ne doit pas dépasser 5%. La masse de l'échantillon choisie doit être comprise entre 0.2\*D et 0.6\*D, tel que D et le diamètre maximal de l'échantillon en mm. Dans notre cas, la masse initiale est de M= 1000 g.

Il est à noter que l'analyse est réalisée à l'aide d'une tamiseuse de type RETSCH AS 200, et le temps de tamisage est déterminé d'après le nombre de tamis (3 min pour chaque tamis).

Les refus des tamis sont pesés à l'aide d'une balance à précision de type SCT-ATLAS pour déterminer le pourcentage de refus cumulés et par la suite le pourcentage des passants cumulés.

Les résultats sont ensuite présentés sous forme de courbes où l'on porte en abscisse la dimension des ouvertures des tamis sur une échelle logarithmique, et en ordonnée les pourcentages de tamisat cumulé sur une échelle arithmétique.

Les coefficients de courbure **Cc** et d'uniformité **Cu** sont déduits de la courbe granulométrique à partir des diamètres  $D_{10} D_{30}$  et  $D_{60}$ . Avec di : diamètre de la maille pour laquelle le pourcentage des tamisât cumulés est égal à i%.

Coefficient d'uniformité :

$$Cu = D_{60}/D_{10}$$
 (1)

 $Cu > 2 \rightarrow granulométrie étalée.$  $Cu < 2 \rightarrow granulométrie uniforme ou serrée.$ 

Coefficient de courbure :

$$Cc = D_{30}^{2} / (D_{60} * D_{10})$$
(2)

 $1 < Cc < 3 \rightarrow$  matériau bien gradué (la continuité est bien répartie). Cc < 1 ou Cc > 3  $\rightarrow$  matériau mal gradué (la continuité est mal répartie).



Figure 3. 11: Tamiseuse de type RETSCH AS 200 et balance à précision SCT-ATLAS.

#### 3.3.1.2 Porosité : NF P94-410-3]

La porosité permet de déterminer la proportion de vide contenue dans le sol considéré, c'està-dire de savoir si le sol est dans un état lâche ou serré. Elle est définie comme étant le rapport du volume des vides au volume total. Pour la mesurer au laboratoire, une masse de 50 g de notre échantillon sec est introduite dans une éprouvette graduée de 500 ml, on note le volume. L'échantillon est ensuite saturé avec de l'eau distillée, ce volume est le volume des pores. La relation utilisée pour calculer la porosité totale (Pt) est comme suit :

$$Pt (\%) = [(V0+V1) - V2 / V0] * 100$$
(3)

Avec : V0 : Volume (50 ml) de sol déshydraté V1 : Volume (70 ml) d'eau V2 : Volume sol + eau

#### 3.3.1.3 Densité apparente (NF P 18-554)

La densité apparente est la masse de sol présente dans un volume donné, elle est spécifique pour chaque matériau. Pour la déterminer, il faut tout d'abord peser un bécher vide, on note sa masse **M1**, l'échantillon est versé ensuite dans le même bécher en formant **un entonnoir avec** les mains à une hauteur de 10 cm.

Le surplus est arasé à l'aide d'une règle et on pèse alors le bécher rempli, on note la masse obtenue M2.

La densité est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$\rho_{\text{apparente}} = (M2 - M1)/V \tag{4}$$

 $\rho_{apparente}$ : Densité apparente V : Volume du bécher utilisé

#### 3.3.1.4 Densité Absolue (p réelle) [norme : NFP 94-054]

Elle est dite réelle car elle prend en compte tous les pores du matériau. La densité absolue est déterminée à l'aide du pycnomètre, tout d'abord le pycnomètre est pesé vide avec son bouchon, sa masse est notée m1. Ensuite le pycnomètre est rempli d'eau et pesé de nouveau, l'échantillon est introduit après dans le pycnomètre (vide) la masse obtenue est notée m3. <sup>2</sup>/<sub>3</sub> d'eau distillé du volume du pycnomètre est verser dans ce dernier, cela pour éviter l'emprisonnement des bulles d'air. Après la décantation on complète avec de l'eau et on pèse de nouveau m4.

$$\rho_{\text{absolue}} = \delta_{\text{S}} / \delta_{\text{W}} \tag{5}$$

$$\rho_{absolue} = (m3 - m1) / (m2 + m3 - m4 - m1)$$
(6)

## δs : masse volumique du solide δw : masse volumique de l'eau 3.3.1.5 Le Potentiel Hydrogène (pH) [norme : ISO 10390 :2005]

C'est un critère très important et significatif qui permet de déterminer l'acidité ou la basicité du matériau. La préparation du mélange s'effectue en respectant le rapport solide liquide de 1/5. Une fois le mélange préparé, une série d'agitation de 30 secondes et de repos de 20mn s'effectue 3 fois. L'agitation a été réalisée à l'aide d'un agitateur magnétique de type LABINCO model L-81. La mesure du pH est réalisée après les dernières 20 mn de repos, à l'aide d'un pH

mètre de type JENWAY 3510 qui est préalablement étalonné en utilisant des solutions tampons de pH=7, pH=4, pH=10.



-pH meter JENWAY-

-Agitateur magnétique LABINCO L-81-

Figure 3. 12: Mesure du pH

#### 3.3.1.6 Teneur en eau [norme : NFEN 1097-5]

Elle est définie par le rapport du poids d'eau contenu dans un échantillon de sol sur le poids du même échantillon sec. La mesure est effectuée en pesant une quantité de l'échantillon humide (Wh) et la repeser après l'avoir séchée dans une étuve à 105°C pendant 24h (Ws).

$$W = [Wh - Ws / Ws] \times 100 \,(\%) \tag{7}$$



Figure 3. 13: Four Carbolite

#### 3.3.1.7 Capacité d'échange cationique (Clément et Françoise)

Elle est définie comme étant la quantité de cations que l'échantillon du sol peut retenir. Dans notre cas, seule la quantité de sodium (Na) échangeable est mesurée. Pour commencer, 4 solutions ont été préparées :

- Solution d'acétate d'ammonium (CH3COONH4) : Pour la préparer, il faut dissoudre 77.08 g d'acétate d'ammonium dans 1000 ml d'eau distillée. Le pH est ajusté à 7 avec de l'acide acétique.
- Solution mère de sodium (Na) : Pour la préparer, il faut dissoudre 1.4612g de chlorure de sodium (NaCl) dans 500 ml de solution d'acétate d'ammonium.
- Solution fille de sodium (Na) : Un volume de 20ml de la solution mère de sodium est versé dans une fiole jaugée et ajusté au volume de 200 ml avec la solution d'acétate d'ammonium.
- Solutions étalons de sodium (Na) :5, 10, 15, 20 ml de la solution fille de sodium ont été versés dans des fioles jaugées de 200 ml et ajustés au volume avec la solution d'acétate d'ammonium pour obtenir des solutions étalons à 0.125, 0.250, 0.375, et 0.5 mé.L<sup>-1</sup>.

Une fois les solutions sont préparées, pour chaque échantillon un mélange de 2g de solide avec 5 ml d'acétate d'ammonium est préparé et laissé pendant une nuit. Après, à l'aide d'un papier filtre, un rinçage des mélanges est effectué avec 2.5ml d'acétate d'ammonium jusqu'à une récupération de 25ml de surnageant. Après la récupération du surnageant, à l'aide du photomètre à flamme de marque JENWAY PFP7, le secteur de filtre est placé sur Na et réglé à zéro de photomètre avec le témoin la solution d'acétate d'ammonium. Enfin, après avoir tracé la courbe d'étalonnage à l'aide des solutions étalons préparées déjà, les solutions à doser sont passées en notant à chaque fois les valeurs indiquées sur l'appareil.

Les valeurs lues sur le photomètre sont projetées sur le graphique pour obtenir le résultat (R) (en mé. $L^{-1}$ ).

Na mé.
$$100g^{-1} = 1,25.R$$
 (8)

Avec R : Résultat selon le graphique (en mé.L<sup>-1</sup>)

**Principe du photomètre à flamme :** photomètre de flamme est constitué de trois éléments : le brûleur, le monochromateur et la cellule photoélectrique.



Figure 3. 14: schéma descriptif d'un photomètre à flamme

- > Le brûleur : Il fournit une flamme dans laquelle on pulvérise la solution à analyser.
- Le monochromateur : permet de sélectionner la longueur d'onde caractéristique de l'élément à doser, il est composé de filtres.
- Le récepteur photoélectrique : Il est composé d'une cellule photoélectrique qui transforme le flux lumineux en intensité électrique. La lecture est obtenue sous forme digitale.

#### 3.3.2 Caractérisation minéralogique

Les échantillons ont subi des analyses minéralogiques :

#### 3.3.2.1 Diffraction des Rayons X (DRX)

La Diffraction des Rayons X (DRX) est une technique d'analyse pour l'étude des différentes phases de matières et matériaux poly-cristallins, et permet d'accéder à de nombreuses informations contenues dans l'arrangement même des éléments au sein de notre échantillon. Les rayons X sont des ondes électromagnétiques dont les longueurs d'onde sont du même ordre que la dimension des atomes et sont comprises approximativement entre 0,1 Å et 100 Å (1 m = 10<sup>10</sup> Å), donc elles peuvent être utilisées pour explorer l'intérieur des cristaux. Ces rayons X diffusés vont interférer entre eux. Et si les atomes sont ordonnés ou positionnés à des intervalles réguliers comme dans les cristaux, ces interférences vont être constructives dans certaines directions et destructives dans d'autres. C'est le phénomène de diffraction. Tout échantillon cristallisé peut être analysé par diffraction des rayons X et à chaque phase cristalline correspond un ensemble caractéristique de pics de diffraction encore appelé diffractogramme. Cette signature unique permet l'identification des différentes phases présentes dans le même échantillon. Le diffractogramme obtenu représente l'intensité du rayonnement diffracté en fonction des angles de diffraction. La position des raies dépend des dimensions de la maille élémentaire alors que l'intensité dépend de l'arrangement des atomes. (Chim 401-Rayons-X \_ 2013-2014).



Figure 3. 15: Appareil de Diffraction des Rayons X.

#### 3.3.2.2 Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

En microscopie électronique à balayage, un faisceau d'électrons balaye la surface de l'échantillon. L'interaction électron-matière produit alors une sorte d'émission, comme le montre le schéma simple ci-dessous. Les électrons secondaires peuvent produire une image de surface de l'échantillon, avec un contraste topographique. Les électrons rétrodiffusés donnent à une image chimiquement contrastée sur une surface plane. D'autre part, les photons X peuvent effectuer une analyse chimique à l'aide de la spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS). (Eric Mortier et Al. 2011).



Figure 3. 16: Microscopie électronique à balayage MEB.

#### 3.3.3 Caractérisation chimique :

#### Deux caractérisations chimiques sont effectuées : 3.3.3.1 Spectrométrie par Fluorescence X (FRX)

La spectrométrie par fluorescence X ou FRX est une technique analytique permettant d'obtenir des analyses quantitatives élémentaires. L'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons X, les atomes constituant l'échantillon passent de leur état fondamental à un état excité. L'état excité est instable, les atomes tendent alors à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, sous forme de photons X notamment. Chaque atome, ayant une configuration électronique propre, va émettre des photons d'énergie et de longueur d'onde propres. C'est le phénomène de fluorescence X qui est une émission secondaire de rayons X, caractéristiques des atomes qui constituent l'échantillon. L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet à la fois de connaître la nature des éléments chimiques présents dans un échantillon ainsi que leur concentration massique. (Valérie Thirion-Merle. 2014).



Figure 3. 17: Représentation schématique de la fluorescence X (J.P. Eberhart. 1976).



Figure 3. 18: Spectromètre de Fluorescence des Rayons X « ZSX Primus II de Rigaku »

#### 3.3.3.2 Spectrométrie d'Absorption Atomique (SAA)

La spectrométrie d'absorption atomique permet de quantifier les éléments métalliques en

solutions. Lorsqu'un atome absorbe une énergie de source lumineuse, ce dernier va quitter l'état fondamental vers un état excité. Cet atome ne peut pas rester dans cet état donc il est dans l'obligation de libérer une énergie lumineuse pour revenir vers l'état stable. Un détecteur mesure la quantité de lumière absorbée et un signal électronique est produit en fonction de l'intensité lumineuse. Ce signal est traité et la quantité d'analyte dans l'échantillon est déterminée en fonction de l'absorbance mesurée. Le contact entre les atomes et la source lumineuse est assuré par la cellule d'absorption. La cellule d'absorption est en fait une flamme générée par la combustion d'acétylène en présence d'oxygène. L'échantillon à analyser est aspiré par l'appareil et transformé en aérosol. La flamme atomise ensuite les éléments contenus dans l'aérosol et les place en travers du faisceau de la lampe à cathode creuse. Cette lampe émet le spectre lumineux spécifique à l'élément analysé. La cathode et l'anode de la lampe sont composées uniquement de l'élément dont le spectre lumineux doit être produit. Un potentiel électrique est appliqué entre l'anode et la cathode, ce qui a pour effet d'ioniser le gaz contenu dans la lampe. Les ions de gaz vont ensuite entrer en collision avec la cathode, ce qui déloge des atomes métalliques. Ces atomes vont aussi entrer en collision avec les ions de gaz ce qui les fait passer à un état d'excitation. Ils retournent aussitôt à leur état de base ce qui produit l'énergie lumineuse désirée. (I. ADOUANI. 2020).



Figure 3. 19: Spectrométrie d'absorption atomique SAA

### **3.4** Essai statique chimique (Essai sobek modifié selon Lawrence et Wang, 1997)

La détermination du PN consiste à réaliser premièrement sur des échantillons de 2 g, un test

d'effervescence dit le test de Fizz (ajouter 3 à 4 gouttes d'Hcl 25% à l'échantillon). En fonction de l'intensité de l'effervescente et de ce fait la réactivité des minéraux neutralisants (estimée visuellement), la concentration et le volume de l'acide chlorhydrique à ajouter à l'échantillon pour sa minéralisation est déterminée.

Effervescence	Volume t=0 (mL)	Volume t=2h (mL)
Aucune	1	1
Légère	2	1
Modérée	2	2
Forte	3	2

Tableau 3. 2: Addition d'acide en fonction du test de Fizz

Après le test Fizz, l'échantillon (2 g) est mis dans un erlenmeyer avec 90 ml d'eau déionisée et le volume d'HCl fixé par le test de Fizz, et on le met sur un agitateur magnétique. Après 22h, on contrôle le pH de la solution et on agit d'après les cas suivants :

- PH>2.5 on ajuste le pH dans un intervalle de 2 à 2.5 et on continue l'agitation jusqu'à 24h.
- > PH<2.5 l'agitation est continuée jusqu'à 24h.
- > PH<2 l'échantillon n'a pas de pouvoir neutralisant.

Après 24h, la solution est titrée avec du NaOH (0,1 N) jusqu'à un pH final de 8.3 pour évaluer l'acidité restante et par conséquent, la détermination du PN, exprimé en unités d'équivalents de kg CaCO3/t. Le PA est calculé en utilisant le soufre total de l'échantillon (déterminé par analyse chimique) et en le multipliant par un coefficient stœchiométrique de 31,25 pour obtenir le PA en unités d'équivalents de kg CaCO3/t (Équation 4). Le PN quant à lui est déterminé à partir de l'équation 5, la fraction PA/PN nous permettra alors de savoir si l'échantillon est générateur ou non d'acidité.



Figure 3. 20: Test Fizz et agitation



Figure 3. 21: Critères de classification environnementale des rejets miniers.

#### **3.5 Essais cinétiques** Essais en mini cellules d'altération

Dans le but d'évaluer le comportement géochimique des rejets miniers de Kef Oum Teboul (P, R, V), des essais en mini cellules d'altération ont été réalisés selon le protocole de Méthode de Cruz et al. (2001). Une quantité d'échantillon (67 g) est introduite dans un entonnoir Büchner, sur un papier filtre de 0.45µm, l'ensemble est placé sur un support sous lequel est placé un erlenmeyer sous vide de 1000 ml pour récupérer l'eau de lixiviation. Deux rinçages

par semaine sont effectués (chaque Lundi et Jeudi). Un volume de 50 mL d'eau déionisée est introduit dans la mini-cellule et reste en contact avec les échantillons pour une durée de 3 heures. Le lixiviat est récupéré par la suite pour être analysé (pH, le Eh, la conductivité électrique et le contenu en métaux).

Le pH a été mesuré à l'aide du ph mètre JENWAY 3510, la conductivité par un conductimètre de type OHAUS ST20C-A et le potentiel redox par le multi-mètre EUTECH ION 2700. Une fois les 3 mesures sont effectuées, l'eau récupérée est filtrée puis stabilisée à l'aide d'acide nitrique concentré (2% HNO<sub>3</sub>). La concentration de métaux présents dans les lixiviats (Zn, Pb, Fe, Cu et Cd) a été analysée à l'aide de la Spectrométrie d'Absorption Atomique (SAA).



Figure 3. 22: Mini cellules d'altération

#### **3.6 Traitement passif par amendement alcalin**

Trois matériaux alcalins (C1, C2 et rejets phosphate) ont été utilisés comme amendements afin de contrôler la formation du drainage minier acide issu des rejets de la mine abandonnée de Kef Oum Teboul. Pour cela, des essais cinétiques en cellules humides ont été effectués selon la norme ASTM D 5744-96, 1998 ; 2007.

#### 3.6.1 Prélèvement des matériaux alcalins

Les matériaux utilisés pour les essais d'amendements ont été prélevés précédemment et conservés dans le laboratoire de génie minier à l'Ecole Nationale Polytechnique.

Le tableau suivant résume l'ensemble des données de prélèvements :

Matériaux	Prélevé par	Site
C1	Cosider carrières	Carrière d'El Khroub, Constantine
C2	Cosider carrières	Carrière de Fedj Bourenane, Khenchela
RP	Merchichi, A	Mine de phosphates de Djebel Onk, Tébessa

Tableau 3. 3: Descriptifs des matériaux

#### 3.6.2 Préparation des matériaux alcalins

Avant le concassage primaire, le matériau C1 a été pré-concassé par marteau. Les deux calcaires (C1 et C2) ont été concassés par le concasseur à mâchoires, puis par le concasseur giratoire. Une fois le matériau alcalin concassé, un quartage a été effectué, puis un échantillonnage automatique a été réalisé pour assurer la représentativité. Enfin, une partie du matériau a été broyée pour une analyse chimique, un test de Sobek et une densité absolue.

#### 3.6.3 Cellules humides

Ce sont des essais fiables, plus rentables et proches des conditions naturelles ; leur mise en œuvre est facile mais ils nécessitent l'intervention régulière des opérateurs. Le protocole exige deux rinçages par semaine (jeudi et lundi). Le premier cycle dure 4 jours avec un air sec, et le deuxième cycle 3 jours avec un air saturé en humidité. Afin d'assurer ces deux cycles (séchage/mouillage), 5 cellules humides sont introduites dans un bac couvert, muni de deux trous perforés connectés directement à deux pompes de type Heidolph pumpdrive 5001 pour garantir la circulation de l'eau à l'intérieur du bac pendant le cycle humide. Ces pompes sont également reliées à un bain thermostaté JULABO réglé à  $(40^{\circ}C)$ . Pour chaque essai, une quantité de 375 g de solide (mélange de 125 g de matériau alcalin (1/3) + 250 g d'échantillon 2/3) est introduite dans la cellule sur un papier filtre de 0.45µm. Un volume de 187.5 ml d'eau distillée circule à travers la cellule pendant le cycle de rinçage et reste en contact avec l'échantillon pendant 4h.

Les lixiviats récupérés sont analysés : pH, potentiel redox, conductivité, et la concentration en métaux (Zn, Pb, Fe, Cu et Cd).



Figure 3. 23: Essais cellules humides

#### 3.6.4 Mini cellules d'altération

Cet essai a été réalisé dans le but du traitement passif du DMA, un mélange de 67g a été introduit dans les entonnoirs Büchner, le mélange solide contient 1/3 de matériau alcalin et 2/3 rejets miniers de Kef Oum Teboul. Cinq essais en mini cellules d'altération ont été réalisés avec 9 rinçages au total.



Figure 3. 24: Essais mini cellules d'altération pour amendements alcalin



Figure 3. 25: Mesures et rinçage du lixiviat.

Essais	Masse (g)	Contenance		
		<sup>2</sup> / <sub>3</sub> P <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C1		
Cellules humides	375	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> R <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C1		
		<sup>2</sup> / <sub>3</sub> V <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C1		
		<sup>2</sup> / <sub>3</sub> V <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C2		
		<sup>2</sup> / <sub>3</sub> V <sup>1</sup> / <sub>3</sub> RP	C1 : Calcaire Constantine C2 : Calcaire khenchela	
	67	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> P <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C2	RP : Rejets phosphat	
		<sup>2</sup> / <sub>3</sub> P <sup>1</sup> / <sub>3</sub> RP	,	
Mini cellules d'altération		<sup>2</sup> / <sub>3</sub> R <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C2		
		<sup>2</sup> / <sub>3</sub> R <sup>1</sup> / <sub>3</sub> RP	,	
		<sup>1</sup> / <sub>2</sub> V <sup>1</sup> / <sub>2</sub> C2		

Tableau 3. 4: Différentes configurations choisies pour les essais d'amendement alcalins

### CHAPITRE 4 RESULTATS ET INTERPRÉTATIONS

#### **CHAPITRE 4 : RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS**

Ce chapitre présente tous les résultats et interprétations des différentes expérimentations effectuées dans notre travail. Tout d'abord, les caractérisations physico-chimiques, chimiques et minéralogiques des échantillons et des matériaux utilisés. Par la suite, les résultats des essais statiques, cinétiques ainsi que ceux du traitement passif (amendement alcalin).

#### 4.1 Caractérisation des échantillons et des matériaux

**NB** : Les caractéristiques Physiques, chimiques et minéralogiques des rejets de phosphates ont été prises de la thèse de Merchichi (2022).

#### 4.1.1 Caractérisation physico-chimique

#### 4.1.1.1 Potentiel d'hydrogène (pH)

Les valeurs du pH des matériaux testés sont représentées dans les tableaux ci-dessous.

#### **Rejets** :

Tableau 4. 1: Valeurs du pH des rejets miniers de Kef Oum Teboul

Echantillons	P0	P1	P1'	P2	P2'	P3	P4	P5	R1	R2	V
рН	5.42	6.45	4.95	6.11	6.25	5.40	5.47	6.30	3.42	5.33	2.66

Les résultats des mesures de ce potentiel ont conclu que les valeurs varient entre 2.66 et 6.45, elles sont inférieures à 6.5 donc considérés comme acides, cela est expliqué par la présence de minéraux sulfurés et sulfatés.

#### Matériaux :

Tableau 4. 2: Valeurs du pH des matériaux d'amendements

Matériaux	C1	C2
рН	7.97	7.60

Les résultats montrent que les matériaux ont un pH proche de la neutralité, 7.97 et 7.60 pour C1 et C2 respectivement. Cette augmentation du pH est due à l'abondance de carbonates dans ces lithologies, particulièrement la calcite.

#### 4.1.1.2 Densité apparente

Les résultats de la densité apparente sont représentés dans les tableaux 3 et 4 :

#### **Rejets :**

- $\blacktriangleright$  M1(Becher)=300 g
- ➢ V(Bêcher)=1115 ml

Tableau 4. 3: Résultats de mesure de la densité apparente des rejets

Echantillons	Ρ	R	V
M2 (Becher + échantillons) (g)	1740	1746	1890
$\rho_{\text{apparente}}$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,291	1,296	1,426

#### Matériaux :

Tableau 4. 4: Résultats de mesure de la densité apparente des matériaux alcalins

Matériaux	C1	C2
M2(Becher) (g)	361	265
M2 (Becher + échantillons) (g)	1993	1952
V(Bêcher) (ml)	1130	1222,5
$\rho_{\text{apparente}}$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,444	1,379

Les résultats ont démontré que la densité apparente des échantillons de rejets varie entre 1.291 g/cm<sup>3</sup> et 1.426 g/cm<sup>3</sup>, et celle des matériaux entre 1.444 g/cm<sup>3</sup> et 1.379 g/cm<sup>3</sup>.

#### 4.1.1.3 Densité absolue (réelle)

Les tableaux 5 et 6 recensent les résultats de la densité absolue. **Rejets :** 

Tableau 4. 5: Résultats de mesure de la densité absolue des rejets miniers

Echantillons	Ρ	R	V
m1 (Pycnomètre vide)	30,500	30.500	30,500
m2 (Pycnomètre rempli d'eau)	82,436	82,436	82,436
m3 (Pycnomètre rempli matière)	39,383	38,090	39,661
m4 (Pycnomètre rempli matière + eau)	90,239	89,250	89,947
$\rho_{absolue}(g/cm^3)$	8,225	10,174	5,552

#### Matériaux :

Tableau 4. 6: Résultats de mesure de la densité absolue des matériaux alcalins

Matériaux	C1	C2
m1 (Pycnomètre vide)	30,500	30,500
m2 (Pycnomètre rempli d'eau)	84,364	84,364
m3 (Pycnomètre rempli de matière)	33,192	37,230
m4 (Pycnomètre rempli matière + eau)	85,697	88,681
$ ho_{absolue}$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,981	2,789

Les résultats révèlent que la densité absolue des échantillons des rejets varie entre 5,552 et 10,174, et pour les échantillons des matériaux entre 1,981 et 2,789.

Les valeurs de densités absolues sont plus grandes que celles de densités apparentes, ceci est dû au fait que cette dernière prend en compte les vides intergranulaires.

#### 4.1.1.4 Teneur en eau

Les résultats sont présentés dans les tableaux 7 et 8 **Rejets :** 

Echantillons	Р	R	V
M1	20,0335	20,0048	20,0104
M2 (sec)	19,0721	19,5711	17,9463
W%	5,04	2,21	11,5

Tableau 4. 7: Résultats de la teneur en eau des rejets miniers

Matériaux :

Tableau 4. 8: Résultats de la teneur en eau des matériaux alcalins

Echantillons	C1	C2
M1	50,0543	58,2457
M2 (sec)	49,9617	54,9551
W%	0,18	5,98

Les résultats montrent une très faible teneur en eau des rejets et des matériaux, avec une valeur maximale de 11.5%.

#### 4.1.1.5 Porosité Rejets :

Tableau 4. 9: Valeurs de la porosité des rejets.

Echantillons	Ρ	R	V
V0 (mL)	50	50	50
V1 (mL)	65	65	65
V2 (mL)	83	97	79
Pt (%)	64	36	72

#### Matériaux :

Tableau 1 10.	Valoung do	a novocitá dos	matériaux algaling
<i>1 abieau</i> 4. 10.	valeurs ae l	<i>i porosiie aes</i>	materiaux accauns

Matériaux	C1	C2
V0 (mL)	50	50
V1 (mL)	65	65
V2 (mL)	81	85
Pt (%)	68	60

La formule utilisée pour les calculs est la suivante :

$$Pt (\%) = (V0+V1) - V2 / V0 *100$$
(1)

Les valeurs de la porosité des rejets P et V sont relativement importantes avec 64% et 72% respectivement, de même pour les échantillons C1 et C2 qui sont de 68% pour C1 et 60% pour C2. L'échantillon R quant à lui à une porosité de 36% cela est dû à la présence d'une grande quantité de particules fines.
## 4.1.1.6 Granulométrie

Les résultats de l'analyse granulométrique sont présentés dans les tableaux et graphes semilogarithmiques ci-dessous :

# Échantillon P :

Tableau 4. 11: Distribution granulométrique des rejets P

Tamis (mm)	Refus (g)	Refus cumulés (g)	Pourcentage des refus cumulés (%)	Pourcentage des tamisats cumulés (%)
>8	0	0	0,00	100,00
-8+5	14,485	14,485	1,45	98,55
-5+3,15	177,172	191,657	19,17	80,83
-3,15+2,5	127,677	319,335	31,93	68,07
-2,5+1,6	192,253	511,588	51,16	48,84
-1,6+1,25	62,650	574,238	57,42	42,58
-1,25+0,8	163,5891	737,827	73,78	26,22
-0,8+0,5	61,331	799,159	79,92	20,08
-0,5+0,4	32,727	831,886	83,19	16,81
-0,4+0,25	46,509	878,396	87,84	12,16
-0,25+0,16	48,943	927,339	92,73	7,27
- 0,16+0,125	26,426	953,76	95,38	4,62
- 0,125+0,08	32,659	986,425	98,64	1,36
- 0,08+0,063	1,291	987,716	98,77	1,23
Fond < 0,063	1,443	Total : 989,160	R	2>1,08 Résultats acceptable

# **Echantillon R :**

Tableau 4	12: Distribution	granulométrique	des rejets R
I doicun 1.	12. Distribution	Signaturonicii igae	ues rejeis n

Tamis (mm)	Refus (g)	Refus cumulés (g)	Pourcentage des refus cumulés (%)	Pourcentage des tamisats cumulés (%)
>8	0	0	0,00	100,00
-8+5	6,600	6,600	0,66	99,34
-5+3,15	60,150	66,751	6,68	93,32
-3,15+2,5	71,916	138,66	13,87	86,13
-2,5+1,6	137,676	276,344	27,63	72,37
-1,6+1,25	57,065	333,409	33,34	66,66
-1,25+0,8	67,852	401,261	40,13	59,87
-0,8+0,5	77,068	478,330	47,83	52,17
-0,5+0,4	35,126	513,45	51,35	48,65
-0,4+0,25	71,957	585,413	58,54	41,46
-0,25+0,16	77,068	662,482	66,25	33,75
-0,16+0,125	60,175	722,657	72,27	27,73
-0,125+0,08	160,307	882,964	88,30	11,70
-0,08+0,063	90,091	973,056	97,31	2,69
Fond < 0,063	19,442	Total : 992,498	2× Résultat	>0,75 s acceptable

# Echantillon V :

Tableau 4. 13:	Distribution	granulométrique	des i	rejets	V
----------------	--------------	-----------------	-------	--------	---

Tamis (mm)	Refus (g)	Refus cumulés (g)	Pourcentage des refus cumulés (%)	Pourcentage des tamisats cumulés (%)
>10	7,976	7,976	0,80	99,20
-10+8	33,221	41,198	4,12	95,88
-8+5	176,342	217,540	21,75	78,25
-5+3,15	234,823	452,364	45,24	54,76
-3,15+2,5	127,070	579,434	57,94	42,06
-2,5+1,6	208,769	788,203	78,82	21,18
-1,6+1,25	96,955	885,159	88,52	11,48
-1,25+0,8	17,822	902,981	90,30	9,70
-0,8+0,5	27,571	930,553	93,06	6,94
-0,5+0,4	12,634	943,187	94,32	5,68
-0,4+0,25	21,680	964,868	96,49	3,51
-0,25+0,16	15,643	980,512	98,05	1,95
-0,16+0,125	5,288	985,800	98,58	1,42
-0,125+0,08	6,994	992,794	99,28	0,72
-0,08+0,063	1,743	994,537	99,45	0,55
Fond < 0,063	1,567	Total : 996,105	2> Résultats	>0,39 s acceptable



Figure 4. 1: graphe analyse granulométrique P, R et V.

Calculs des coefficients	de courbure (Co	c) et d'uniformité (	(Cu) :
	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		. /

Echantillon	Р	R	V
D <sub>10</sub> (mm)	0.25	0.08	1.25
D <sub>30</sub> (mm)	1.25	0.16	2.5
D <sub>50</sub> (mm)	2.5	1.25	5
Cu	10	15.625	4
Cc	2.5	0.256	1

Tableau 4. 14: Coefficient d'uniformité et de courbure des échantillons P, R et V

D'après l'analyse granulométrique et les valeurs des coefficients de courbure et d'uniformité des échantillons, nous constatons que les échantillons P et V ont un coefficient de courbure 1 < Cc < 3 (2.5 pour P et 1 pour V), ils ont donc une granulométrie bien graduée contrairement à l'échantillon R qui présente un Cc<1, le rejet est alors mal gradué avec une continuité mal répartie. Concernant l'uniformité des rejets, les trois échantillons démontrent une granulométrie étalée Cu>2. De plus, nous remarquons une importante quantité de fines pour l'échantillon R comparés aux autres (plus de 55% des éléments ont un diamètre < 3mm).

# Calcaire 1 :

		<b>D</b> 1 1 1	* * *	
Tableau 4.	15:	Distribution	granulométrique	du calcire1

Tamis (mm)	Refus (g)	Cumul refus (g)	Pourcentage refus(%)	Pourcentage tamisat cumulé (%)
>8	14,064	14,064	1,41	98,59
-8+5	55,549	69,614	6,96	93,04
-5+3,15	237,136	306,750	30,68	69,32
-3,15+2,5	140,069	446,820	44,68	55,32
-2,5+1,6	183,429	630,249	63,02	36,98
-1,6+1,25	71,894	702,143	70,21	29,79
-1,25+0,8	95,357	797,500	79,75	20,25
-0,8+0,5	70,675	868,175	86,82	13,18
-0,5+0,4	24,012	892,188	89,22	10,78
-0,4+0,25	38,658	930,847	93,08	6,92
-0,25+0,16	29,506	960,353	96,04	3,96
-0,16+0,125	17,891	978,244	97,82	2,18
-0,125+0,08	15,495	993,740	99,37	0,63
-0,08+0,063	3,094	996,834	99,68	0,32
Fond < 0,063	2,1904	Total : 999,025	Rés	2>0,10 sultat acceptable

# Calcaire 2 :

Tahleau 4	16. Distribution	oranulométrique	du calcire?
<i>1 ubieuu 4</i> .	10. Distribution	granulometrique	au cuicirez

Tamis (mm)	Refus (g)	Cumul refus (g)	Pourcentage cumul refus (%)	Pourcentage tamisat cumulé (%)
>8	10,568	10,568	1,06	98,94
-8+5	149,881	160,449	16,04	83,96
-5+3,15	285,137	445,587	44,56	55,44
-3,15+2,5	162,638	608,225	60,82	39,18
-2,5+1,6	149,54	757,769	75,78	24,22
-1,6+1,25	48,190	805,960	80,60	19,40
-1,25+0,8	67,495	873,455	87,35	12,65
-0,8+0,5	46,962	920,418	92,04	7,96
-0,5+0,4	15,931	936,349	93,63	6,37
-0,4+0,25	34,677	971,027	97,10	2,90
-0,25+0,16	19,900	990,927	99,09	0,91
-0,16+0,125	8,361	999,288	99,93	0,07
-0,125+0,08	0,213	999,502	99,95	0,05
-0,08+0,063	0,122	999,624	99,96	0,04
Fond < 0,063	0,081	Total :999,706	Résultat	2>0,03 ts acceptable



Figure 4. 2: graphe granulomètrique C1 et C2

Calcule des coefficients de courbure (Cc) et d'uniformité (Cu) : **NB :** l'analyse granulométrique de l'échantillon RP a été réalisée à l'aide d'un granulomètre laser. (Merchichi 2022).

Echantillon	C1	C2	RP (Merchichi 2022)
D <sub>10</sub> (mm)	0,4	0,8	10.38
D <sub>30</sub> (mm)	1,6	2,5	66.87
$D_{60}$ (mm)	3,15	5	113.54
Cu	7,875	6,250	10.38
Сс	2,031	1,562	3.60

Tableau 4. 17: Coefficient d'uniformité et de courbure des échantillons C1, C2 et RP

Les résultats des valeurs des coefficients de courbure et d'uniformité montrent que les matériaux C1 et C2 ont un coefficient de de courbure 1<Cc<3 et un coefficient d'uniformité Cu>2, ils présentent une granulométrie bien graduée et étalée. Concernant les rejets de Phosphates, nous constatons un Cc>3 et un Cu>2 donc leur granulométrie est étalée et mal graduée.

### 4.1.1.7 Capacité d'échange cationique

Pour pouvoir analyser les échantillons par photomètre à flamme, il fallait préparer des solutions standards pour calibrer l'appareil et tracer la courbe d'étalonnage.



Figure 4. 3: Courbe d'étalonnage de sodium (Na)

Echantillons	Vn	CEC		
Lenunthions	·P	mé/L	mé/100g	
Р	245	1,222	1,528	
R	315	1,573	1,970	
V	48	0,237	0,296	
C1	50 0,25 0,3		0,313	
C2	35	0,172	0,215	
RP (Merchichi 2022)	/	/	27,9	

Tableau 4. 18: Résultats de la capacité d'échange cationique (Na échangeable)

Il est à noter que dans le cadre de cette analyse, la CEC a été estimée à l'aide des teneurs en sodium. D'après les résultats obtenus, nous constatons que les valeurs de la capacité d'échange cationique des trois échantillons V, C1 et C2 sont inférieures à 1. D'après l'étude de Awad (2019), cela est lié à l'absence totale des argiles et de la matière organique.

Quant à P et R, leurs valeurs sont respectivement 1,528 mé/100g et 1,970 mé/100g, ces deux

rejets contiennent une faible teneur en matière organique et une faible capacité de rétention d'eau. L'échantillon RP a une CEC relativement élevée (27,9 mé/100g), cela est probablement due à la présence de la kaolinite et de la matière organique sous forme de bioclastes formés de débris de squelettes et coquilles.

### 4.1.2 Caractérisation chimique

### 4.1.2.1 Fluorescence a Rayons X (FRX)

L'analyse par fluorescence X a été réalisée au laboratoire de CRAPC (Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico- Chimiques). Les éléments détectés sont regroupés dans les tableaux ci-après :

Echantillon : P							
	Type d'Echantillon Oxyde/Poudre						
	Masse : 6 g						
Elément	Résultat (%	Oxyde	Résultat (%				
	massique)		massique)				
	2.6776	$CO_2$	9.8109				
Na	0.1766	Na <sub>2</sub> O	0.238				
Mg	0.3243	MgO	0.5377				
Al	10.8366	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20.4753				
Si	22.1235	SiO <sub>2</sub>	47.3292				
Р	0.0681	$P_2O_5$	0.1562				
S	0.6474	$SO_3$	1.6166				
K	2.2907	K <sub>2</sub> O	2.7593				
Ca	0.1173	CaO	0.1642				
Ti	0.7007	TiO <sub>2</sub>	1.1689				
V	0.0352	$V_2O_5$	0.0628				
Cr	0.0218	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.0319				
Fe	7.1815	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10.2676				
Ni	0.0086	NiO	0.0109				
Cu	0.0327	CuO	0.041				
Zn	0.068	ZnO	0.0846				
As	0.9856	$As_2O_3$	1.3013				
Rb	0.0649	Rb <sub>2</sub> O	0.071				
Sr	0.0824	SrO	0.0975				
Zr	0.0744	$ZrO_2$	0.1004				
Nb	0.0098	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.0141				
Sb	0.0786	$Sb_2O_3$	0.0942				
Ba	0.5342	BaO	0.5964				
Pb	2.7571	PbO	2.97				

Tableau 4. 19: Caractérisation chimique élémentaire des rejets miniers (échantillon P)

L'analyse chimique de l'échantillon P montre que les éléments majeurs dans les échantillons de rejets sont SiO<sub>2</sub> 47.33%, Al2O3 20.47% et Fe2O3 10.27%. Ces fortes concentration s de Si et Al confirment la présence de silicates et des silicates d'aluminium dans l'échantillon. Des concentrations significatives en plomb (2.76%), As (0.98%) et S (0.65%) sont aussi mesurées.

Echantillon	Echantillon : R						
Type d'Echantillon :Oxyde/Poudre							
Masse : 6 g							
Elément	Résultat (% massique)	Oxyde	Résultat (% massique)				
С	8.3682	$\mathrm{CO}_2$	30.662				
Na	0.1485	Na <sub>2</sub> O	0.2002				
Mg	0.2791	MgO	0.4627				
Al	5.7256	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10.8183				
Si	23.5506	$SiO_2$	50.3822				
Р	0.0262	$P_2O_5$	0.06				
S	0.0722	$SO_3$	0.1803				
Cl	0.0485	/	/				
K	0.825	$K_2O$	0.9938				
Ca	0.0861	CaO	0.1204				
Ti	0.9547	TiO <sub>2</sub>	1.5925				
Cr	0.021	$Cr_2O_3$	0.0307				
Mn	0.0196	MnO	0.0253				
Fe	2.6356	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.7682				
Ni	0.0052	NiO	0.0067				
Cu	0.0237	CuO	0.0297				
Zn	0.017	ZnO	0.0212				
As	0.0543	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.0716				
Rb	0.0162	Rb <sub>2</sub> O	0.0177				
Sr	0.0161	SrO	0.019				
Y	0.0037	$Y_2O_3$	0.0048				
Zr	0.1013	ZrO2	0.1368				
Nb	0.0078	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.0112				
Ba	0.1512	BaO	0.1688				
Pb	0.1554	PbO	0.1674				

Tableau 4. 20: Caractérisation chimique élémentaire des rejets miniers (échantillon R)

Les résultats de la caractérisation chimique des rejets R sont recensés dans le tableau 20. L'échantillon testé contient de grandes concentrations en silice (50.38%) et en alumine (10.81%), nous notons aussi une présence de carbone (8.36%), et des éléments métalliques en trace tel que le Fer, le plomb et le Zinc.

Echantillon :	Echantillon : V							
Type d'Echantillon :Oxyde/Poudre								
	Masse : 6 g							
Elément	Résultat (% massique)	Oxyde	Résultat (% massique)					
С	4.0264	$\mathrm{CO}_2$	14.753					
Mg	0.0017	MgO	0.0027					
Al	1.6786	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.1717					
Si	11.0181	SiO <sub>2</sub>	23.5711					
Р	0.0146	$P_2O_5$	0.0333					
S	2.674	SO <sub>3</sub>	6.6769					
К	0.7745	K <sub>2</sub> O	0.933					
Ca	0.0345	CaO	0.0483					
Ti	0.1889	TiO <sub>2</sub>	0.3151					
Cr	0.0222	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.0325					
Fe	10.6359	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15.2065					
Cu	0.2411	CuO	0.3018					
Zn	0.4312	ZnO	0.5368					
As	2.7106	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.5789					
Ag	0.1737	Ag <sub>2</sub> O	0.1865					
Sb	0.529	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.6333					
W	0.0453	WO <sub>3</sub>	0.0572					
Pb	27.8136	PbO	29.9614					

Tableau 4. 21: Caractérisation chimique élémentaire des rejets miniers (échantillon V)

La composition chimique de l'échantillon V montre des concentrations élevées en SiO<sub>2</sub> (23.57%), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (15.20%) et SO3 (6.68%). Des concentrations significatives en plomb (27.28%) et en Zn (0.43%) sont enregistrées et correspondent aux minéraux sulfurés et/ou sulfatés de Pb et Zn.

Echantillon : C1				
	Type d'Echantillo	on :Oxyde/Poudre		
	Mass	e : 6 g		
Elément	Résultat (% massique)	Oxyde	Résultat (% massique)	
С	16.0525	$\mathrm{CO}_2$	58.8178	
Na	0.0762	Na <sub>2</sub> O	0.1028	
Mg	0.8342	MgO	1.3832	
Al	1.5514	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.9313	
Si	3.5648	SiO <sub>2</sub>	7.6263	
Р	0.0198	$P_2O_5$	0.0454	
S	0.164	$SO_3$	0.4095	
K	0.4483	$K_2O$	0.54	
Ca	18.7161	CaO	26.1873	
Ti	0.1285	TiO <sub>2</sub>	0.2144	
Cr	0.0107	$Cr_2O_3$	0.0156	
Mn	0.0131	MnO	0.017	
Fe	1.003	$Fe_2O_3$	1.434	
Zn	0.0069	ZnO	0.0086	
Rb	0.0046	Rb <sub>2</sub> O	0.005	
Sr	0.1879	SrO	0.2222	
Pb	0.0368	PbO	0.0396	

Tableau 4. 22: Caractérisation chimique élémentaire du matériau alcalin (échantillon C1)

Tableau 4. 23: Caractérisation chimique élémentaire du matériau alcalin (échantillon C2)

Echantillon : C2					
	Type d'Ec	hantillon :Oxyde/P	Poudre		
		Masse : 6 g			
Elément	Résultat (% massique)	Oxyde	Résultat (% massique)		
С	17.8756	$\mathrm{CO}_2$	65.498		
Mg	0.034	MgO	0.0564		
Al	0.0243	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.0458		
Si	0.0355	SiO <sub>2</sub>	0.0758		
S	0.006	SO <sub>3</sub>	0.0151		
Ca	24.4687	CaO	34.2363		
Fe	0.0422	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.0604		
Sr	0.0103	SrO	0.0122		

Les échantillons C1 et C2 montrent une quantité importante de Carbone (16.05% pour C1 et 17.87% pour C2) et de Calcium 18.72% et 24.47% pour C1 et C2 respectivement. La silice est aussi présente dans l'échantillon C1 avec une teneur qui dépasse 7%.

### 4.1.3 Caractérisation minéralogique

### 4.1.3.1 Diffraction des rayons (DRX)

L'analyse minéralogique par DRX a été faite au sein du laboratoire de CRAPC, cinq diffractogrammes pour les cinq échantillons ainsi que leurs interprétations sont détaillées ciaprès :

Échantillon P :



Figure 4. 4: Spectre DRX de l'échantillon P

Icône	Nom du composé	Formule	S-Q
	Quartz	SiO <sub>2</sub>	81,3 %
	Muscovite-1M, syn.	K Al <sub>2</sub> Si <sub>3</sub> Al O <sub>10</sub> (OH) <sub>2</sub>	10,1 %
	Carphosiderite	Fe <sub>2</sub> (SO4) <sub>2</sub> (OH) 5 (H <sub>2</sub> O)	8,6 %

Tableau 4. 24: Composition minéralogique du rejet P

L'échantillon P est constitué majoritairement de silicates sous forme de Quartz (81,3%) et de Muscovite (10,1%). Les minéraux secondaires témoignant de réactions d'oxydations sont aussi présents sous forme d'hydroxy-sulfate de fer - Carphosiderite (8,6%).



2Thêta (2Theta/Theta couplés) WL=1,54060

Figure 4. 5: Spectre DRX de l'échantillon R

Tableau 4. 25:	<i>Composition</i>	minéralogique	du rejet R
----------------	--------------------	---------------	------------

Icône	Nom du composé	Formule	S-Q
	Quartz low, syn.	SiO <sub>2</sub>	98,1 %
	Lead Oxide Sulfate	$Pb_{3}O_{2}\left(SO_{4}\right)$	1,6 %
	Wurtzite 4H	ZnS	0,3 %

La composition minéralogique de l'échantillon R déterminée par DRX démontre l'abondance de la silice et l'absence des minéraux carbonatés. L'échantillon étudié est composé de quartz (plus de 98%) et de wurtsite (0.3%). Le minéral secondaire identifié dans l'échantillon R est l'anglésite avec une teneur de l'ordre de 1.6%.



Figure 4. 6: Spectre DRX de l'échantillon V

	Tableau 4. 1	26:	Composition	minéral	ogique	du	rejet	V
--	--------------	-----	-------------	---------	--------	----	-------	---

Icône	Nom du composé	Formule	S-Q
	Lead Sulfate	Pb (SO <sub>4</sub> )	30,9 %
	Kintoreite	Pb Fe <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> (O H, H <sub>2</sub> O) <sub>6</sub>	58,7 %
	Sphalerite, syn	ZnS	10,4 %

L'analyse quantitative par DRX de ce rejet a montré la présence de sulfates en pourcentage élevé, sous forme d'anglésite (30,9%) et de kintoreite (58.7%), cela explique la forte acidité de cet échantillon (pH=2,66). Nous remarquons aussi un pourcentage considérable en sulfure de zinc (10,4%). Ces teneurs considérables en plomb et zinc rendent ce rejet candidat pour un éventuel traitement afin de les extraire.



Figure 4. 7: Spectre DRX de l'échantillon C1

Icône	Nom du composé	Formule	S-Q
	Calcite, syn	CaCO <sub>3</sub>	67,2 %
	Silicon oxide - $\alpha$   Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>	29,3 %
	Ankerite	Ca ( Fe <sup>+2</sup> , Mg ) ( CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	3,6 %

Tableau 4. 27: Composition minéralogique de l'échantillon C1

L'analyse quantitative par DRX de l'échantillon C1 a démontré qu'il est constitué principalement de Calcite (67,2%) et de silicates sous forme de silice (29,3%). Il présente également un faible pourcentage d'ankerite (3,6%). La présence de ces minéraux en fortes proportions laisse penser que l'échantillon C1 est envisageable en tant que matériau d'amendement afin de contrôler les DMA.



L'analyse DRX montre que l'échantillon C2 est entièrement constitué de calcite (100%).

### **Rejets Phosphates (RP) : (Merchichi 2022)**

Г



Figure 4. 9: Spectres DRX des matériaux phosphatés, RP en bleu (Merchichi 2022)

Composition minéralogique			
Dolomite	CaMg(CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	59.24 %	
Calcite	CaCO <sub>3</sub>	20.52 %	
Fluorapatite	$Ca_5(PO_4)_3F$	19.76 %	
Kaolinite	$AI_2 Si_2O_5(OH)_4$	0.481 %	

Tableau 4. 28: Composition minéralogique de l'échantillon RP

Les diffractogrammes de l'échantillon testé montrent que les rejets de traitement de phosphates sont constitués de 59.2% dolomie, 20.5% calcite, et 19.8% de fluorapatite ; la kaolinite est aussi présente dans ces résidus mais en faible proportion (0.5%) (Merchichi, 2022).

### **4.2 Essais statiques**

Les deux critères PN et PA sont calculés à l'aide des formules suivantes :

$$PA=31,25.S_{\%}$$
 (4)

$$PN = \frac{\text{Normlité HCl x volume - (Normalité NaOH x volume)masse de l'échantillon}}{\text{masse de l'échantillon}} x 50$$
(5)

Il est à noter que le pourcentage du soufre utilisé dans le calcul du PA a été pris des résultats donnés par la caractérisation chimique FRX.

Les résultats des essais statiques d'après le protocole modifié de (Lawrence et Wang, 1996) sont détaillés dans le tableau 28.

Échantillons/Matériaux	Р	R	V	C1	C2	RP
Effervescence	AUCUNE	AUCUNE	AUCUNE	Modérée	Forte	/
t=0h Volume de HCl (1N) ajouté en mL	1	1	1	2	3	/
t=2h Volume de HCl (1N) ajouté en mL	1	1	1	2	2	/
t=22h valeurs de Ph	1,89	1,83	1,77	5,2	5,9	/
t=22h Volume de HCl (1N) ajouté en mL	/	/	/	25,7	26,8	/
t=24h Volume de NaOH (0,1N) ajouté en mL	/	/	/	3,3	2,6	/
PN (kg CaCO3/t)	/	/	/	293,7	315,4	305
PA (kg CaCO3/t)	20,2	2,3	83,6	5,1	0,2	33,9
PN/PA	/	/	/	57,6	1577	9
PN-PA (kg CaCO3/t)	/	/	/	288,6	314,3	271,1

Tableau 4. 29: Résultats des essais statiques

Nous remarquons que les trois échantillons de rejets (P, R et V) n'ont pas de pouvoir neutralisant PN (pH après 22h inférieur à 2), cela est lié à l'absence totale des carbonates car l'essai Sobek prend en considération que le pourcentage de CaCO3 et non les silicates.

Les valeurs de PN des échantillons des matériaux (C1, C2 et RP) sont très élevées et varient entre 293.7 Kg CaCO3/t et 315.4 Kg CaCO3/t. Ces résultats sont expliqués par la présence d'un pourcentage considérable de carbonates, ce qui concorde parfaitement avec les données des analyses minéralogiques par DRX.

Pour le pouvoir de génération d'acidité, nous remarquons que les valeurs de PA sont très différentes pour les échantillons des rejets avec une valeur maximale de 83.6 Kg CaCO3/t enregistrée pour l'échantillon V, cela est dû au fait au pourcentage élevé du soufre présent dans cet échantillon (2,674%).

La capacité potentielle de génération d'acide pour les matériaux alcalins est très faible (5.1, 0.2 et 33.9 kg CaCO<sub>3</sub>/t pour C1, C2 et RP respectivement)

# 4.3 Essai cinétique (Mini cellules d'altération)

Les résultats des essais cinétiques nous informent sur le taux d'oxydation des sulfures et de neutralisation des minéraux carbonatés s'ils existent. Aussi, l'analyse des lixiviats récupérés permet de calculer le temps d'épuisement des minéraux neutralisants et acidifiants. Les résultats des essais cinétiques effectués en mini cellules d'altération sont discutés ci-dessous.

### 4.3.1 Mesures électrochimiques

Les résultats de l'évolution des paramètres électrochimiques (pH, Eh et conductivité) durant les 13 cycles de l'essai sont détaillés ci-après :

# 4.3.1.1 Potentiel d'hydrogène (pH)

	pH			
Date	Р	R	V	
31/03/2022	5,68	4,66	1,99	
04/04/2022	6,19	5,79	2,38	
07/04/2022	6,91	6,57	2,36	
11/04/2022	5,89	5,84	2,48	
14/04/2022	6,77	6,27	2,91	
18/04/2022	6,44	6,53	3,07	
21/04/2022	5,63	5,65	3,14	
25/04/2022	6,54	6,13	3,26	
28/04/2022	6,43	6,06	3,14	
05/05/2022	6.05	5,54	2.88	
09/05/2022	5,57	4,94	2,65	
12/05/2022	4,77	5,03	2,47	
16/05/2022	5,37	4,86	2,24	

Tableau 4. 30: Variation de la valeur du pH des lixiviats provenant des essais en mini cellules d'altération



Figure 4. 10: Variation du pH des lixiviats en fonction du temps

Nous constatons une augmentation du pH pour les trois échantillons dès les premiers rinçages, le pH des lixiviats est de 5,68, 4,66 et 1,99 à 6,54, 6,13 et 3,26 pour P, R et V respectivement. Cette augmentation est liée à la dissolution des minéraux neutralisants tels que les silicates sous formes de quartz et muscovite. Les valeurs du pH ne cessent d'augmenter pour chacun des échantillons, puis atteint un pic au 8<sup>ème</sup> rinçage pour ensuite diminuer en raison de l'épuisement des minéraux neutralisants pour atteindre 5.38 pour le rejet P et 4.86 pour le rejet R.

Pour les rejets V, le pH diminue à des valeurs fortement acides atteignant 2.24 à la fin des expérimentations. Cette diminution du pH indique une forte dissolution des minéraux sulfatés.

### 4.3.1.2 Potentiel redox

Potentiel Redox (mV)			
Date	Р	R	V
31/03/2022	109	236	417,7
04/04/2022	201,2	163,5	357,1
07/04/2022	160,8	174,6	364,9
11/04/2022	208,4	183	360,4
14/04/2022	94,5	110,2	329,2
18/04/2022	96,1	84,6	338,6
21/04/2022	241,3	189,1	320,9
25/04/2022	239,9	202,4	226,6
28/04/2022	132	137,4	305,3
05/05/2022	159	246,6	344
09/05/2022	198,8	179,6	351,8
12/05/2022	251,1	292,7	384,5
16/05/2022	258,9	219,4	412,8

Tableau 4. 31: Variation de la valeur du potentiel Red/Ox des lixiviats provenant des essais en mini cellules d'altération



Figure 4. 11: Variation du potentiel redox des lixiviats en fonction du temps

Pour le potentiel Redox, les valeurs de P et R varient respectivement de 94.5 mV à 258.9 mV et de 84.6 mV à 292.7 mV, elles sont inférieures de celles enregistrées pour l'échantillon V (Eh = 417.7 mV à la fin de l'essai).

Nous remarquons que toutes les valeurs du potentiel redox montrent des conditions oxydantes (Eh>420mV), expliquées par l'oxydation des minéraux présents avec des proportions importantes ; citons à titre d'exemple les teneurs de l'anglésite dans les rejets (1.6 à 30.9 %). Ces résultats coïncident parfaitement avec ceux du pH.

## 4.3.1.3 Conductivité

Conductivité (µS/cm)			
Date	Р	R	V
31/03/2022	168,5	189,1	2430
04/04/2022	149,9	195	2010
07/04/2022	166,2	125,5	2300
11/04/2022	155,1	75	1060
14/04/2022	170,4	82,4	1700
18/04/2022	160,6	72,4	580
21/04/2022	104,8	66,9	1390
25/04/2022	87,9	44,5	1510
28/04/2022	77,5	51	1590
05/05/2022	72.4	43,5	1250
09/05/2022	66,8	48,3	800
12/05/2022	57,6	46,2	1130
16/05/2022	53,6	44,4	1640

Tableau 4. 32: Variation de la conductivité des lixiviats provenant des essais en mini cellules d'altération





Les valeurs de conductivité électrique mesurées passent de  $43.5\mu$ S/cm à  $195\mu$ S/cm pour l'échantillon R et de  $53.6\mu$ S/cm à 170.4 pour l'échantillon P, on remarque que ces valeurs diminuent et tendent à se stabiliser à partir du 8<sup>ème</sup> rinçage.

La conductivité de l'échantillon V varie entre 580µS/cm et 2430µS/cm, elles présentent une très grande conductivité par rapport aux autres échantillons, cela est dû à la présence de grandes concentrations de métaux dans cet échantillon (Pb, Zn, Fe).

#### 4.3.2 Caractérisation chimique des lixiviats

Les figures 13, 14, 15,16 et 17 illustrent la variation des concentrations en métaux en mg/L mesurées à différents intervalles de temps lors des essais cinétiques en mini cellules d'altération.



Figure 4. 13: Variation de la concentration du fer dans les lixiviats à travers le temps



Figure 4. 14: Variation de la concentration du cuivre dans les lixiviats à travers le temps



Figure 4. 15: Variation de la concentration du zinc dans les lixiviats à travers le temps



Figure 4. 16: Variation de la concentration du plomb dans les lixiviats à travers le temps



Figure 4. 17: Variation de la concentration du cadmium dans les lixiviats à travers le temps

Les solutions résiduelles sont récupérées et analysées par spectroscopie d'absorption atomique (SAA) afin de déterminer la concentration des éléments : Cd (cadmium), Pb (Plomb), Fe (Fer), Zn (Zinc) et Cu (Cuivre).

**Fe :** Les concentrations en fer (Fe) sont illustrées dans la Figure 4.13. D'après les résultats, nous constatons que les courbes des trois échantillons V, R et P ont la même allure avec une diminution de la concentration du fer pour atteindre 2,23mg/L, 1,25mg/L et 1,10mg/L respectivement durant les premiers rinçages, suivi par une stabilisation à partir du troisième rinçage à une valeur approximative de 0,45 mg/L pour les trois échantillons. Selon Hakkou et al., 2008, les teneurs initiales élevées pourraient être expliquées par une forte libération de particules faiblement adsorbées sur les surfaces minérales, particulièrement la carphosiderite et la kintoreite.

**Cu :** L'évolution des concentrations en cuivre des trois échantillons P, R et V indiquent des valeurs maximales de 7,58 mg/L pour le rejet P, de 8,25 mg/L pour le rejet R et de 16,62 mg/L pour l'échantillon V, ces valeurs diminuent jusqu'à atteindre une valeur stable approximative à 0,5 mg/L.

**Zn :** Les concentrations en zinc sont élevées durant les deux premiers cycles (P, 7,36mg/L), (R, 8,37mg/L) et (V, 11,23 mg/L), cela est expliqué par une libération rapide du zinc adsorbé et une dissolution des phases minérales primaires (sphalérite) ou secondaires. Par la suite, une

diminution des concentrations du zinc des trois échantillons est remarquée pour se stabiliser à partir du quatrième rinçage, à noter qu'une stabilisation des valeurs peut signifier une oxydation relativement lente de la sphalérite déjà passivée.

**Pb** : Une diminution des concentrations en Plomb des trois échantillons est enregistrée. L'échantillon V présente nettement des valeurs plus importantes que les deux autres échantillons qui atteignent 2,28 mg/L contre des valeurs maximales 1,22 mg/L et 0,98 mg/L pour R et P respectivement. Les trois courbes montrent une stabilisation pour atteindre une valeur minimale de 0,42 mg/L pour R, 0,50 mg/L pour P et 0,92 mg/L pour l'échantillon V. La libération de plomb est due à l'existence de minéraux secondaires de plomb à savoir l'anglésite et la kintoreite.

**Cd :** Les trois rejets miniers connaissent une tendance descendante à partir d'une concentration initiale de 7,36mg/L pour le P, 1,35 mg/L pour le R et 1,81mg/L pour le V. Ils présentent la même allure avec une valeur maximale de cadmium pour l'échantillon P remarquablement élevée par rapport aux deux autres.

Il est à signaler que les trois échantillons présentent de fortes concentrations en métaux qui dépassent largement les limites environnementales algériennes relatives aux effluents industriels (1.5 mg/L pour Cu, 5 mg/L pour Fe, 3 mg/L pour Zn et 0.2 mg/L pour Pb et Cd). Nous citons le cas du Pb, Zn et Cd qui malgré la diminution des concentrations, n'atteignent pas le seuil des normes.

# 4.4 Amendements alcalins (traitement passif)

Il est possible de maintenir le pH de l'eau interstitielle des résidus au-dessus (ou près) de la neutralité, en y ajoutant des matériaux alcalins naturels comme de la pierre calcaire ou des phosphates. Les résultats des essais menés au laboratoire à différentes échelles (cellules humides et mini cellules d'altération) sont discutés ci-dessous (voir les tableaux dans l'annexe).



*Figure 4. 18: Évolution du pH en fonction du temps (rejet R)* 



Figure 4. 19: Évolution du pH en fonction du temps (rejet P)



Figure 4. 20: Évolution du pH en fonction du temps (rejet V)

### Échantillon P :

Les valeurs du potentiel d'hydrogène des trois mélanges de l'échantillon P sont proches de la neutralité et varient entre :

- 7,71 et 8,03 pour  $\frac{2}{3}$  P +  $\frac{1}{3}$  C2
- 6,91 et 8,21 pour  $\frac{2}{3}$  P +  $\frac{1}{3}$  C1
- 7,21 et 7,75 pour  $\frac{2}{3}$  P +  $\frac{1}{3}$  RP

#### Echantillon R :

Nous remarquons que les courbes des deux mélanges  $\frac{2}{3}$  R +  $\frac{1}{3}$  C1 et  $\frac{2}{3}$  R +  $\frac{1}{3}$  RP ont la même allure avec des valeurs plus élevées pour le premier mélange par rapport au mélange  $\frac{2}{3}$  R +  $\frac{1}{3}$  C1. Pour les trois mélanges, le pH des solutions lixiviantes a tendance à se stabiliser à compter du quatrième cycle à une valeur proche de 8.2, laissant penser que c'est la durée optimale à ces matériaux pour neutraliser la quantité de rejets.

#### **Echantillon V :**

Le pH des lixiviats des quatre cellules augmente significativement pour atteindre des valeurs maximales de 7,25, 7,7, 7,29 et 7,52 respectivement pour les cellules ( $\frac{2}{3}$  V +  $\frac{1}{3}$  C1), ( $\frac{2}{3}$  V +  $\frac{1}{3}$  C2), ( $\frac{2}{3}$  V +  $\frac{1}{3}$  RP) et ( $\frac{1}{2}$  V +  $\frac{1}{2}$  C2).

A noter que les valeurs de pH des trois échantillons P, R, et V ont remarquablement augmenté par rapport aux mesures des essais cinétiques de prédiction en mini cellules d'altération, cela est dû aux ajouts de matériaux alcalins aux rejets miniers de Kef Oum Teboul.

#### 4.4.1.2 Potentiel redox

La variation des valeurs du potentiel Redox exprimées en mV relevées à différents intervalles de temps durant les essais cinétiques est représentée dans les figures 21, 22 et 23.



*Figure 4. 21: Évolution du potentiel redox en fonction du temps (rejet R)* 



*Figure 4. 22: Évolution du potentiel redox en fonction du temps (rejet P)* 



*Figure 4. 23: Évolution du potentiel redox en fonction du temps (rejet V)* 

## Échantillon P

Différentes variations des valeurs de potentiel Redox des trois mélanges de P sont enregistrées, avec des valeurs maximales de :

- 79 mV pour  $\frac{2}{3}$  P +  $\frac{1}{3}$  RP
- 55 mV pour  $\frac{2}{3}$  P +  $\frac{1}{3}$  C1
- 40 mV pour  $\frac{2}{3}$  P +  $\frac{1}{3}$  C2

### **Echantillon R**

Nous constatons des diminutions des valeurs de Redox avec des variations qui tendent vers une stabilisation aux alentours de 25mV.

### **Echantillon V**

Le potentiel redox des lixiviats des deux mélanges  $\frac{2}{3}$  V +  $\frac{1}{3}$  C1 et  $\frac{2}{3}$  V +  $\frac{1}{3}$  RP diminue pour se stabiliser à la fin aux alentours de 75 mV et 100 mV respectivement, quant aux deux autres mélanges les valeurs sont presque stables avec des petites variations proches de 75mV.

### 4.4.1.3 Conductivité

Les résultats des valeurs de la conductivité électrique relevées à différents intervalles de temps durant les essais cinétiques pour les différents mélanges testés sont illustrés dans les figures 24,25 et 26.



**Remarque :** Le lixiviat du mélange  $\frac{2}{3}$  R +  $\frac{1}{3}$  C1 n'a pas été récupéré lors du premier rinçage à cause de la grande quantité des particules fines de ce mélange.

*Figure 4. 24: Évolution de la conductivité électrique en fonction du temps (rejet R)* 



Figure 4. 25: Évolution de la conductivité électrique en fonction du temps (rejet P)



*Figure 4. 26: Évolution de la conductivité électrique en fonction du temps (rejet V)* 

## Échantillon P

La conductivité a diminué au cours des cycles de lixiviation dans les trois cellules, passant de 1400 à 500  $\mu$ S/cm dans les lixiviats du mélange <sup>2</sup>/<sub>3</sub> P + <sup>1</sup>/<sub>3</sub> C1. Notons que les valeurs de la conductivité sont étroitement liées à la concentration des ions en solution. Les ions liés à la dissolution des carbonates et la présence de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> contribuent aux variations de conductivité (Merchichi, 2022).

## **Echantillon R**

La courbe du mélange  $\frac{2}{3}$  V +  $\frac{1}{3}$  C1 présente une diminution jusqu'au rinçage 6, les valeurs se stabilisent par la suite aux alentours de 600 µS/cm, quant aux courbes des deux autres mélanges, nous constatons qu'elles ont la même allure avec des oscillations qui varient entre 500 µS/cm et 1300µS/cm.

## **Echantillon V**

Pour ce qui est des lixiviats contenant les trois mélanges  $\frac{1}{2}$  V + $\frac{1}{2}$  C2,  $\frac{2}{3}$  V +  $\frac{1}{3}$  C1 et  $\frac{2}{3}$  V +  $\frac{1}{3}$  C2, ils connaissent une évolution similaire et les valeurs de conductivité varient entre 1500  $\mu$ S/cm et 3300  $\mu$ S/cm. En ce qui concerne le lixiviat contenant le quatrième mélange, il représente des valeurs plus élevées allant de 2800  $\mu$ S/cm jusqu'à 5700  $\mu$ S/cm.

## 4.4.2 Caractérisation chimique

Les lixiviats sont récupérés et analysés par « SAA » par le Centre de Recherches techniques et d'Analyse Physico-Chimique « CRAPC » pour déterminer la concentration des éléments métalliques présents dans ces solutions. Les éléments chimiques choisis sont le Cd (cadmium), Pb (Plomb), Fe (Fer), Zn (Zinc) et Cu (Cuivre).

A noter : l'appareil de mesure possède des valeurs limites de détection (LD), ces valeurs sont présentées dans le tableau ci-après :

Éléments	LD (mg/L)
Pb	0,0002
Zn	0,0001
Cu	0,0001
Fe	0,004
Cd	0,0008

Tableau 4. 33: Limites de détection de l'appareil SAA (Agilent).

# Échantillon P :



Figure 4. 27: Variation de la concentration du cuivre dans les lixiviats (Rejets P)



Figure 4. 28: Variation de la concentration du fer dans les lixiviats (Rejets P)



Figure 4. 29: Variation de la concentration du zinc dans les lixiviats (Rejets P)



Figure 4. 30: Variation de la concentration du plomb dans les lixiviats (Rejets P)



Figure 4. 31: Variation de la concentration du cadmium dans les lixiviats (Rejets P)
L'évolution des concentrations de métaux au cours des cycles de rinçage est représentée dans les figures 27, 28, 29 30 et 31. A la fin des essais, les résultats montrent de faibles concentrations en Fe (0,04mg/L), Cd (0,0008mg/L), Cu (0,0001mg/L), Pb (0,0002mg/L) et Zn (0,0001mg/L) pour les trois mélanges. Les éléments métalliques ont été complètement éliminés de la solution après le 6 ème rinçage. On note aussi que les amendements à partir de C2 et RP ont agi plus rapidement que celui avec C1 (dès le premier rinçage).

Echantillon R :



Figure 4. 32: Variation de la concentration du zinc dans les lixiviats (Rejets R)



Figure 4. 33: Variation de la concentration du plomb dans les lixiviats (Rejets R)



Figure 4. 34: Variation de la concentration du fer dans les lixiviats (Rejets R)



Figure 4. 35: Variation de la concentration du cuivre dans les lixiviats (Rejets R)



Figure 4. 36: Variation de la concentration du cadmium dans les lixiviats (Rejets R)

Les concentrations en Cu, de Cd, Fe, Zn et de Pb ont indiqué une tendance semblable, avec un7e diminution seulement au cours des premiers cycles de rinçage (Pb 0,023 mg/L, Cd 0,0008 mg/L, Cu 0,0001mg/L, Fe 0,004mg/L et Zn 0,0001 mg/L Pb) (Figures 32, 33, 34, 35 et 36). Les trois matériaux testés comme amendements sont efficaces ; toutefois, on remarque que les rejets de phosphates RP et le calcaire C2 présentent de faibles valeurs de concentrations et agissent de façon plus rapide comparé à C1. **Echantillon V :** 



Figure 4. 37: Variation de la concentration du zinc dans les lixiviats (Rejets V)



Figure 4. 38: Variation de la concentration du plomb dans les lixiviats (Rejets V)



Figure 4. 39: Variation de la concentration du fer dans les lixiviats (Rejets V)



Figure 4. 40: Variation de la concentration du cuivre dans les lixiviats (Rejets V)



Figure 4. 41: Variation de la concentration du cadmium dans les lixiviats (Rejets V)

L'analyse des lixiviats issus des mélanges contenant les rejets V a montré une diminution très importante des concentrations en métaux lourds à la fin des expérimentations. Les métaux ont été efficacement éliminés par les matériaux alcalins (C1, C2 et RP) avec des concentrations finales de 0,004mg/L pour le Fe, 0,0008mg/L pour le Pb, 0,0001mg/L pour le Cu, 0,0001mg/L pour le Zn et 0,0008mg/L pour le Cd. Néanmoins, on remarque une meilleure performance des calcaires C2 par rapport aux autres matériaux, plus particulièrement le mélange 1/2V + 1/2C2 pour la concentration du Plomb.

#### 4.5 Analyse minéralogique post-traitement

L'analyse minéralogique post-démantèlement s'est effectuée au Microscope Electronique à Balayage (MEB), au laboratoire de minéralogie de CRAPC.





Figure 4. 42: Images MEB des rejets miniers de Kef Oum Teboul avant et après traitement passif par amendement alcalin, (V.1 ; R.1 et P.1) rejets avant traitement, (V.2 ; R.2 et P.2) surfaces minérales encrassées par des précipitations sous forme d'oxydes/hydroxydes à différentes tailles.

#### Ang : Anglésite ; Qz : Quartz ; Oxy-Hy-Fe : Oxy-hydroxydes de fer

Les images (V.1 ; R.1 et P.1) relatives aux rejets avant traitement montrent la prédominance de minéraux silicatés dans les rejets R et P et des minéraux secondaires sous formes de sulfates dans les rejets V. Après traitement, les surfaces minérales sont toutes encrassées par des précipités sous formes d'oxyhydroxyde de fer (Fe<sub>3</sub>(OH)<sub>8</sub>, FeOOH, (H<sub>3</sub>O) Fe<sub>3</sub>(OH)<sub>6</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) (Images V.2, R.2 et P.2). Ces précipités sont le résultat de la dissolution des carbonates qui libèrent des alcalins et des cations métalliques tels que Ca, Mg, Fe et Mn.

Il est recommandé de tester d'autres techniques d'analyse de surface des solides telle que la XPS (spectrométrie des photoélectrons X) ou MEB-EDS (Spectroscopie à Dispersion d'Énergie) afin de mieux identifier les minéraux nouvellement formés et de différencier entre les différents mécanismes de rétention (essentiellement la précipitation et la sorption).

Notons que les résultats obtenus par les essais d'amendements alcalins démontrent que les concentrations en métaux (Fe, Cu, Cd, Pb, Mn et Zn) sont en dessous des limites environnementales algériennes (décret exécutif no 06-141 correspondant au 19 avril 2006). Les métaux ont été totalement immobilisés (> 99%) durant les premiers cycles de rinçage.

De plus, ces résultats coïncident parfaitement avec ceux trouvés par Hakkou et al, (2009) en ajoutant les stériles de phosphates comme matériaux d'amendements aux rejets de Kettara (mine abandonnée au Maroc) et avec les travaux de Merchichi (2022) qui a utilisé trois matériaux phosphatés pour contrôler les effluents acides issus des rejets de la mine abandonnée de Sidi Kamber (Algérie).

Les mécanismes responsables de l'immobilisation des métaux sont généralement : 1) l'échange d'ions, 2) complexation de surface, 3) précipitation de nouveaux minéraux comme les oxyhydroxydes de fer et/ou le phosphate de fer dans le cas des matériaux RP ou même des carbonates tels que  $FeCO_3$  quand le bicarbonate réagit avec les ions ferreux (Andrunik et al., 2020 ; Merchichi et al., 2022).

# CONCLUSION GÉNÉRALE

### **CONCLUSION GENERALE**

La présente étude a porté sur l'évaluation de la performance des amendements alcalins pour la neutralisation du DMA issu des rejets de la mine de Kef Oum Teboul.

Des essais statiques et cinétiques en mini-cellules d'altération ont été effectués afin de mieux déterminer le comportement géochimique de différents rejets provenant du site de Kef Oum Teboul.

Dans un premier temps, nous avons adopté en général tout le cycle minier et l'industrie minière en Algérie, son impact sur l'environnement, les méthodes de prédiction du comportement géochimique des rejets, les différentes méthodes de gestion intégrée et de neutralisation des rejets miniers (désulfuration, bactéricide, amendement alcalin...).

Trois types d'échantillon de rejets ont été prélevés du site abandonné de Kef Oum Teboul afin d'évaluer de manière représentative leur comportement géochimique (P : stériles d'exploitation, R : Rejets de traitements 1, V : Rejets de traitements 2).

Après caractérisation physico-chimique, une caractérisation minéralogique a été effectuée aux rejets. La caractérisation a montré un pourcentage élevé des sulfates dans le rejet V, et une domination de gangue silicatée formée principalement de quartz dans les rejets P et R.

En ce qui concerne la caractérisation chimique par FRX, les résultats ont montré la présence des silicates dans les trois rejets, ainsi que le fer (Fe) et le soufre (S) avec des pourcentages élevés dans le rejet V.

L'étude du comportement géochimique par essais statiques a permis de classer tous les rejets comme générateurs d'acidité avec absence de pouvoir neutralisant.

En ce qui concerne les essais cinétiques, les mesures des lixiviats ont montré que les trois rejets produisent du DMA avec des valeurs du pH qui varient aux alentours de 6 pour P, 5 pour R et 2.5 pour les rejets V. Les analyses SAA des lixiviats de ces mini cellules d'altération a montré des quantités dépassant les normes algériennes pour les éléments (Cd, Cu, Fe, Pb et Zn).

Les matériaux alcalins C1, C2 et RP ont été caractérisés (physiquement, chimiquement et minéralogiquement) et utilisés dans le but de neutraliser le DMA issu des trois rejets P, R, et V.

Un traitement passif a été effectué par le biais des cellules humides et des mini cellules d'altération en utilisant les matériaux alcalins (C1, C2, et RP). L'analyse des lixiviats de ces cellules ont montré que les matériaux alcalins ont été efficaces pour augmenter le pH et l'alcalinité.

Le suivi des concentrations chimiques des éléments (Cd, Cu, Fe, Zn et Pb) dans les lixiviats obtenus dans les essais des cellules humides et mini cellules d'altération a montré que les métaux ont été efficacement immobilisés dans les rejets.

A partir des résultats obtenus des caractérisations minéralogiques et chimiques, le matériau C2 s'est révélé préférable par rapport aux autres matériaux alcalins.

Au regard des résultats obtenus dans ce travail, certaines recommandations peuvent être émises pour la suite des travaux :

- Réalisation des essais in situ avec une caractérisation approfondie des propriétés chimiques et minéralogiques des rejets miniers.
- Étude de faisabilité : évaluer le coût financier du projet.

# **Références bibliographiques**

- Amar, H., 2020. Tri des stériles miniers comme nouvelle approche de gestion intégrée : contrôle du drainage minier et valorisation.
- Andrunik, M., Wołowiec, M., Wojnarski, D., Zelek-Pogudz, S., Bajda, T., 2020. Transformation of Pb, Cd, and Zn minerals using phosphates. Minerals 10, 342.
- Arab, L.H., Boutaleb, A. & Berdous, D. 2021. Environmental assessment of heavy metal pollution in the polymetallic district of Kef Oum Teboul (El Kala, Northeast Algeria). Environ Earth Sci 80, 277 <u>https://doi.org/10.1007/s12665-021-09570-1</u>.
- Aubertin, M., Bussière, B. et Bernier, L. 2002. Environnement et gestion des rejets miniers. Cédérom publié par Les Presses Internationales de Polytechnique (à paraître automne 2002).
- Aubertin, M., Li, L., Simon, R., Khalfi, S., 1999. Formulation and application of a short-term strength criterion for isotropic rocks, Home canadian geotechnical journal, 36, N5.
- Azapagic, A. 2004. Developing a Framework for Sustainable Development Indicators for the Mining and Minerals Industry. Journal of Cleaner Production, 12, 639-662.
- Benzaazoua, M, Bussiere, B ;Dagenais, A.M., 2004. Kinetic test comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential.
- **Bouzahzah, H., 2013.** Modification et amélioration des tests statiques et cinétiques pour une prédiction fiable du drainage minier acide. P 21-36
- Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B., 2013. Acid-generating potential calculation using mineralogical static test: modification of the Paktunc equation. Article accepté pour presentation orale à la 23ème World Mining Congress, Montreal, Qc, August 11-14.
- **Bouzahzah, Bussière, B., Benzaazoua, Benoît Plante. 2014a, b.** Recommandations sur l'utilisation des outils de prédiction du drainage minier acide.
- **Bowell, R.J, Sapsford, D.J , Dey, M. , and Williams, K.P. 2006.** Protocols affecting the reactivity of mine waste during laboratory-based kinetic tests. 7th International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD).
- Bruno Bussière, Michel Aubertin, Gérald J. Zagury, Robin Potvin et Mostafa Benzaazouaa. 1998. PRINCIPAUX DÉFIS ET PISTES DE SOLUTION POUR LA RESTAURATION DES AIRES D'ENTREPOSAGE DE REJETS MINIERS ABANDONNÉES.
- **Bussière, B., 2005**. Restauration du site minier Lorraine, Latulipe, Québec : Résultats de 10 ans de suivi.
- **Bussière, B., 2009**. Acid Mine Drainage from Abandoned Mine Sites: Problematic and Reclamation Approaches. In: CHEN, Yunmin, ZHAN, Liangtong, et al , Advances in Environmental Geotechnics,
- Bussière, B., Guittonny, M. (Eds.), CRC Press, pp. 271-296.
- CHIM 401 RX instrumentation et applications ; 2013 ; université Paris-Sud.

- Classification Nationale Des Ressources Minérales Et Des Réserves Minières, Journal officiel 2014. Numéro 18 du 30 mars
- Classification Nationale Des Ressources Minérales Et Des Réserves Minières, Journal officiel 2014.
- **Dagenais A.M., 2005**. Techniques du contrôle du drainage minier acide basées sur les effets capillaires. Thèse de doctorat inédite, École Polytechnique de Montréal, Université de Montréal. Montréal-UQAT, Québec, Canada.
- **Demers, 1., Bussiere, B., Benzaazoua, M., Mbonimpa, M., Blier, A., 2008**. Column test investigation on the performance of monolayer covers made of desulphurized tailings to prevent acid mine drainage.
- **Doye I., 2005**. Évaluation de la capacité de matériaux industriels alcalins à neutraliser des et stériles miniers acides. Thèse de doctorat inédite, Programme interuniversitaire en sciences de la terre. Faculté des sciences et de génie à la Faculté des études supérieures de l'Université Laval. Québec, Canada.
- **Dr. I. ADOUANI** ; LA SPECTROSCOPIE ATOMIQUE (SA) ; Université Ferhat Abbas Sétif-1, Faculté de médecine, département de pharmacie Laboratoire de chimie analytique ; 2020.
- Environmental, Health and Safety Guidelines for Mining, [1 IFC/World Bank (December 2007)]; [http://www.ifc.org/].
- Éthier, M., 2011. Evaluation du comportement géochimique en conditions normale et froides de différents stériles présents sur le site de la mine raglan.
- Frostad, S. Harold G. Bent,., William A. Price., 2003. Operational NP Determination – Accounting for Iron Manganese Carbonates and Developing a Site-Specific Fizz Rating.
- **Frostad, S., Klein, B., Lawrence, R.W., 2002**. Evaluation of Laboratory Kinetic Test Methods for Measuring Rates of Weathering. Mine Water and the Environment.
- Hakkou, R., Benzaazoua, M., Bussière, B., 2009. Laboratory evaluation of the use of alkaline phosphate wastes for the control of acidic mine drainage. Mine Water Environ. 28, 206.
- Heusden, Jongerius. 2002. Molecular assisted breeding for disease resistance in lily.
- J. M. LAWRENCE, CH.-F. BOUDOURESQUE & F. M F.MAGGIORE. 1989., Proximate Constituents, Biomass, and Energy in Posidonia oceanica (Potamogetonaceae).
- J. P. Eberhart, 1976. Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides.
- Jouini M., Benzaazoua, M., Neculita, C.M., 2021. Stabilization/solidification of acid mine drainage treatment sludge. In: Low carbon stabilization and solidification of hazardous wastes. Wang, L., Tsang, C.W. (Eds.), Elsevier (in press).
- Kalonji, Alex Kabambi, 2020. Évaluation du comportement hydrogéologique et géochimique de recouvrements faits de matériaux miniers pour contrôler la contamination provenant de résidus miniers fortement réactifs.

- **Kwong, Dan, 1993**, 4, Box: 10, Folder: 41. Kelvin Smith Library Special Collections. https://archivesspace.case.edu/repositories/2/archival\_objects/2399 Accessed July 09, 2022.
- L. Haibin and L. Zhenling, "Recycling Utilization Patterns of Coal Mining Waste in China," Resources, Conservation and Recycling, Vol. 54, No. 12, 2010, pp. 1331-1340. doi:10.1016/j.resconrec.2010.05.005.
- Lapakko, 1994. Development and Calibration of a Quantitative, Automated Mineralogical Assessment Method Based on SEM-EDS and Image Analysis: Application for Fine Tailings.
- Lapakko, K.A. 1994, Evaluation of neutralisation potential determinations for metal mine waste and a proposed alternative, in: The International Land Reclamation and Mine Drainage Conference and the Third International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Pittsburgh.
- Lapakko, K.A. 2000, Modification of the ASTM 5744-96 Kinetic Test
- Lawrence and Scheske, 1997. A method to calculate the neutralization potential of mining wastes.
- Lawrence, R. W; Wang., 1997. Determination of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage. Mine Environment Neutral Drainage, Nat. Resour. Canada, Ottawa.
- Li Y., Rafski L., "Beyond relevance ranking: hyperlink vector voting" 5th International Conference on Computer Assisted Information Retriever, RIAO'97, Montréal (Canada), pp 648-651, 25-27 juin 1997.
- MATHIEU Clément, PIELTAIN Françoise. 2003. Analyse chimique des sols. 386
- Merchichi, A., 2013. Etude géochimique et traitement des rejets de la digue provenant de la mine de Kherzet Youcef et Chaabet el Hamra, Magister, ENP, Algérie.
- Merchichi, A., 2022. Décontamination des sites de rejets miniers contenant des métaux lourds par la méthode combinée de valorisation et d'usage des phosphates naturels de Djebel Onk. Thèse de Doctorat en sciences, ENP, Algérie
- Merchichi, A., Ould Hamou, M., Edahbi, M., Bobocioiu, E., Neculita, CM., Benzaazoua, M., 2022. Passive treatment of acid mine drainage from the Sidi-Kamber mine wastes (Mediterranean coastline, Algeria) using neighbouring phosphate material from the Djebel Onk mine, Science of The Total Environment, Volume 807, Part 3,151002. <u>https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.151002</u>.
- Mermillod-Blondin, R. 2005. Influence des propriétés superficielles de la pyrite sur la rétention de molécules organiques soufrées : application à la désulfuration des résidus miniers.
- Neculita, C.M., Zagury, G.J., Bussière, B., 2021. Passive treatment of acid mine drainage at the reclamation stage. In: Hard rock mine reclamation: From prediction to management of acid mine drainage. Bussière, B., Guittonny, M. (Eds.), CRC Press, pp. 271-296.

- Ngombe LK, Nlandu RN, Kazadi SN, Ilunga BK, Okitotsho SW, Sakatolo JK, Numbi OL, Danuser B. Exposition aux Poussières et Santé Respiratoire des Broyeurs de Pierres dans la Province du Haut-Katanga en R. D. Congo [Dust Exposure and Respiratory Health Effects Among Stones Crushers in Haut-Katanga Province, D.R. Congo]. Med Trop Sante Int. 2021 May 18;1(1):RTHG-RF19. French. doi: 10.48327/RTHG-RF19.
- Nordstrom, DK., Alpers CN., Ptacek, CJ and Blowes, DW.2000. Environmental Science & Technology, 34 (2), 254-258.
- Nordstrom, K., Blowes, D.W., Ptacek, C.J. 2015. Hydrogeochemistry and microbiology of mine drainage: An update. Appl. Geochem. 57, 3-16.
- Norecol Environmental Consultants Ltd. 1991. A Comprehensive Survey of Pesticide Use in British Columbia: 1991.
- **Ouakibi, O., Loqman, S., Hakkou, R., Benzaazoua, M., 2013**. The potential use of phosphatic limestone wastes in the passive treatment of AMD: A laboratory study. Mine Water Environ. 32.
- **Ouangrawa, M., Molson, J.W., Aubertin, M., Zagury, G., and Bussière, B., 2006**. The effect of water Table elevation on acid mine drainage from reactive tailings: a laboratory and numerical modeling study.
- **Oumarou Toumba et Anselme Wakponou**, « Exploitation minière dans l'arrondissement de Figuil (Cameroun) : problèmes de santé publique et effets environnementaux », Belgeo [En ligne], 4 | 2014, mis en ligne le 20 décembre 2014, <u>https://doi.org/10.4000/belgeo.14853</u>
- **Paktunc, A.D., 1999**, "Mineralogical constraints on the determination of neutralization potential and prediction of acid mine drainage." Environmental Geology, Vol. 39, No. 2, pp. 103-112.
- **Paktunc, A.D., 1999**, Characterization of Mine Wastes for Prediction of Acid Mine Drainage, in: Environmental Impacts of Mining Activities, pp. 31-36 (Azcue, J.M., Ed.), Berlin, Springer.
- **Paradis. 2007**. Bilingual children with specific language impairment: Theoretical and applied issues.
- PDAC, 2013. Exploration and Mining Guide for Aboriginal Communities. Canada
- Plante B, Bussière B, Benzaazoua M., 2012. Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. J Geochem Explor 114:57–69
- Plante B, Bussière B, Benzaazoua M., 2012. Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. J Geochem Explor 114:57–69
- **Potvin R, 2009**. Évaluation à différentes échelles de la performance de systèmes de traitement passif pour des effluents fortement contaminés par le drainage minier acide. Thèse doctorat en sciences de l'environnement. Université du Québec en abitibi-témiscamingue.

- **Pouliot S., 2019**. Utilisation de mélanges paste rock réactifs dans des recouvrements miniers.
- Sapsford, D.J., Bowell, R.J., Dey, M., Williams, K.P., 2009. Humidity cell tests for the prediction of acid rock drainage. Minerais Engineering.
- Sherlockl, Nick Chappell and Tony Greer. ,1995. TRACER AND DARCY-BASED IDENTIFICATION OF SUBSURFACE FLOW, BUKIT TIMAH FOREST, SINGAPORE.
- Skandrani, A., Demers, I., Kongolo, M., 2019. Desulfurization of aged goldbearing mine tailings, Minerals Engineering, Volume 138, Pages 195-203.
- Sobek, A SCHULLER, A; William A ; FREEMAN, John R. 1978. Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils[en ligne].office of reaserch and development, Washington.
- **T. E. Norgate and W. J. Rankin** (2000) "Life Cycle Assessment of Copper and Nickel Production, Published in Proceedings, Minprex 2000, International Conference on Minerals Processing and Extractive Metallurgy, pp133-138.
- TUGRUL ATAMER. Roland Calori. 2003. Diagnostic et décisions stratégiques.
- **TWINING J. NGUYEN V BROWN P., PEREA J. 2000**. Bibliographie préliminaire à la gestion des DMA de Rosia Poieni (Roumanie).
- Valérie Thirion-Merle ; Spectrométrie de fluorescence X ; CNRS, Université de Lyon ; Editions des archives contemporaines ; 2014.
- Vila, J.M. 1980. La chaine alpine nord-orientale et des confins algéro-tunisiens. Thèse Doct. D'Etat, Univ; P. et M. Curie, Paris VI, 665p.
- Villeneuve, 2004. Évaluation du comportement géochimique à long terme de rejets miniers à faible potentiel de génération d'acide à l'aide d'essais cinétiques. Mémoire de maîrise. École Polytechnique de Montréal, Montréal, Québec.
- Villeneuve, 2009. Québec et la géographie sociale en questions.
- Wellmer Friedrich-W. JD Becker-Platen. 2002. Sustainable development and the exploitation of mineral and energy resources: a review. International Journal of Earth Sciences (Geol Rdschau) 91: 723-745.
- Yu, P.; McKinnon, J. J.; Christensen, D. A., 2005. Improving the nutritional value of oat hulls for ruminant animals with pretreatment of a multienzyme cocktail: in vitro studies. J. Anim. Sci., 83 (5): 1133-1141.
- **Zhang L. 2011**. Application of simultaneous saccharification and fermentation (SSF) from viscosity reducing of raw sweet potato for bioethanol production at laboratory, pilot and industrial scales. Bioresour Technol 102(6):4573-9.

## Annexe

рН						
Date	²⁄₃P+¹⁄₃C1	% <b>R+</b> 1⁄₃C1	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> V+ <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C1	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> V+ <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C2	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> V+ <sup>1</sup> / <sub>3</sub> RP	
12/05/2022	6,95	/	4,15	6,15	3,51	
16/05/2022	7,53	6,55	6,8	6,99	6,72	
19/05/2022	7,93	7,85	6,47	6,66	6,6	
23/05/2022	8,16	8,33	7,15	7,19	7,27	
26/05/2022	6,91	7,99	7,22	7,19	7,05	
30/05/2022	7,78	8,08	7,25	7,33	7,11	
02/06/2022	7,63	8,27	7,3	7,4	7,14	
06/06/2022	7,49	8,29	6,78	7,7	6,79	
13/06/2022	8,21	8,32	6,98	6,99	7,29	
16/06/2022	8,05	8,16	6,98	6,93	6,92	
20/06/2022	8,01	8,22	6,94	7,2	6,97	

рН						
Date	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> P+ <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C2	⅔ <b>₽</b> +⅓ <b>R</b> ₽	²⁄₃ <b>R+¹⁄₃C2</b>	²∕₃ <b>R+¹∕₃</b> RP	<sup>1</sup> ⁄ <sub>2</sub> V+ <sup>1</sup> ⁄ <sub>2</sub> C2	
19/05/2022	7,9	7,61	7,68	7,24	6,64	
23/05/2022	8,03	7,7	7,65	7,46	7,17	
26/05/2022	7,81	7,58	7,81	7,56	7,29	
30/05/2022	7,96	7,68	7,89	7,71	6,83	
02/06/2022	7,93	7,44	7,56	7,49	7,19	
06/06/2022	7,89	7,75	7,97	7,73	7,52	
13/06/2022	7,71	7,21	7,31	7,05	7,23	
16/06/2022	7,89	7,52	7,62	6,97	7	
20/06/2022	7,95	7,48	7,58	6,9	7,04	

**Tableau 2** : Variation du pH des lixiviats provenant des essais en mini cellules

Potentiel redox(mV)						
Date	²⁄₃P+¹∕₃C1	⅔R+⅓C1	²⁄₃V+¹∕₃C1	²⁄₃V+¹∕₃C2	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> V+ <sup>1</sup> / <sub>3</sub> RP	
12/05/2022	12	/	212,7	67,8	239,9	
16/05/2022	55,1	123,8	124,1	93	120,8	
19/05/2022	26,5	30,7	97,8	82,7	130,8	
23/05/2022	26,4	19,4	90,5	62,2	72,8	
26/05/2022	40,4	38	95,6	94,9	114,4	
30/05/2022	25,3	13,5	63,8	54,5	68,8	
02/06/2022	48,6	18,4	58,3	56,2	73,5	
06/06/2022	32,6	11,9	62,8	69,1	54,1	
13/06/2022	19,5	15,6	82	80	92,2	
16/06/2022	19,7	29,6	73,5	75,9	90,3	
20/06/2022	21,6	24,6	75	72,3	95,6	

**Tableau 3 :** Variation du potentiel redox des lixiviats provenant des essais en cellules humides

Potentiel redox (mV)						
Date	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> P+ <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C2	% <b>P</b> +⅓ <b>R</b> P	²⁄₃ <b>R+¹⁄₃C2</b>	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> R+ <sup>1</sup> / <sub>3</sub> RP	<sup>1</sup> / <sub>2</sub> V+ <sup>1</sup> / <sub>2</sub> C2	
19/05/2022	10,2	37,3	26,1	54,9	80,4	
23/05/2022	31,2	48,7	39,9	94	81,1	
26/05/2022	39,4	77,1	41,8	52,4	74,1	
30/05/2022	14,7	57,5	21,5	31,3	74,6	
02/06/2022	4,1	31,1	18	37	69,8	
06/06/2022	20	42,2	23,2	30,3	55,2	
13/06/2022	36,7	37	39,6	29,8	58,4	
16/06/2022	29,3	38,8	27,6	42,8	62,8	
20/06/2022	32,4	35,4	25,8	45,6	60,9	

**Tableau 4 :** Variation du potentiel redox des lixiviats provenant des essais en mini cellules

Conductivité (µS/cm)						
Date	²⁄₃P+¹⁄₃C1	% <b>R+</b> 1⁄₃C1	²⁄₃V+¹∕₃C1	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> V+ <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C2	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> V+ <sup>1</sup> / <sub>3</sub> RP	
12/05/2022	1380	/	1900	3350	3490	
16/05/2022	1360	3690	1870	2500	3860	
19/05/2022	980	1920	1750	1960	4330	
23/05/2022	960	15,4	3010	2820	5560	
26/05/2022	850	990	2470	2470	5600	
30/05/2022	800	690	1630	2140	4420	
02/06/2022	890	730	2610	2130	3400	
06/06/2022	940	610	2010	1540	3450	
13/06/2022	490	430	2140	2040	2750	
16/06/2022	650	520	2560	2510	3110	
20/06/2022	540	490	2440	2380	3050	

**Tableau 5** : Variation de la conductivité électrique des lixiviats provenant des essais en cellules humides

Conductivité (µs/cm)						
Date	<sup>2</sup> / <sub>3</sub> P+ <sup>1</sup> / <sub>3</sub> C2	%P+%RP	²⁄₃ <b>R+¹⁄₃C2</b>	²⁄₃ <b>R+¹⁄₃</b> RP	<sup>1</sup> / <sub>2</sub> V+ <sup>1</sup> / <sub>2</sub> C2	
19/05/2022	430	930	960	1120	4710	
23/05/2022	810	1160	1130	1290	1790	
26/05/2022	450	810	500	740	2220	
30/05/2022	330	640	330	790	2180	
02/06/2022	380	350	370	650	2360	
06/06/2022	270	400	860	460	1900	
13/06/2022	190	230	180	300	1000	
16/06/2022	550	890	760	990	1580	
20/06/2022	420	720	560	870	1470	

**Tableau 6 :** Variation de la conductivité électrique des lixiviats provenant des essais en mini cellules