

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département : Génie Minier

Laboratoire : Génie Minier

Mémoire de projet de fin d'études

pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Minier

**Lixiviation bactérienne du minerai aurifère
d'Amesmesssa**

Mohamed ABDELLI

Sous la direction de Mme Amira MERCHICHI

Présenté et soutenu publiquement le 01 juillet 2019

Composition du jury :

Président	M.R.AKKAL	MCA	ENP
Promoteur	Mme. A. MERCHICHI	MAA	ENP
Co-promoteur	Mme. L.YAKOUBI	Docteur	USTHB
Examineur	M.M.OULD HAMOU	MCA	ENP

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Ecole Nationale Polytechnique

Département : Génie Minier

Laboratoire : Génie Minier

Mémoire de projet de fin d'études

pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Minier

**Lixiviation bactérienne du minerai aurifère
d'Amesmesssa**

Mohamed ABDELLI

Sous la direction de Mme Amira MERCHICHI

Présenté et soutenu publiquement le 01 juillet 2019

Composition du jury :

Président	M.R.AKKAL	MCA	ENP
Promoteur	Mme. A. MERCHICHI	MAA	ENP
Co-promoteur	Mme. L.YAKOUBI	Docteur	USTHB
Examineur	M.M.OULD HAMOU	MCA	ENP

ENP 2019

Remerciements

La présente étude a été réalisée au laboratoire de l'Ecole Nationale Polytechnique, sous la direction de Madame Merchichi A ;

Au terme de ce travail, je tiens à exprimer ma reconnaissance et ma gratitude à Monsieur Ould Hamou, chef de département du génie minier pour son entière disponibilité qui émane de son souci pour l'amélioration de la qualité de formation des étudiants. Je lui exprime toute ma gratitude et mon profond respect.

Mes plus grands remerciements vont à Madame Merchichi , mon enseignante qui m'a transmis une immense passion vers cette thématique ;qu'elle trouve ici le témoignage de mon profond respect pour ses qualités humaines et son immense dévouement pour ce travail qui à travers ses conseils et ses orientations précieuses a contribué à améliorer la qualité de ce travail.

Je tiens également à présenter mes plus vifs remerciements à Madame Yakoubi, pour sa précieuse collaboration dans la réalisation de la partie microbiologique. Qu'elle trouve l'expression de mes sentiments les plus respectueux. J'adresse mes plus grands remerciements à Monsieur Akkal pour l'honneur qu'il m'accorde en présidant ce jury, et ce, en dépit de ses charges. Je tiens à remercier également l'ensemble des enseignants de département du génie minier pour leurs efforts et leur passion à donner le meilleur aux étudiants durant ces 3 années de spécialité.

Comme un travail de recherche est la résultante d'efforts déployés par plusieurs personnes, Afin de n'oublier personne, je tiens à remercier tous ceux qui ont participé, à titre professionnel ou personnel, à la réalisation de ce mémoire. Je pense particulièrement à Mr Toumert,Mr Chemmali , Mr Belkacemi , Mr Ghezali,Mr Ziani et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

SANS OUBLIER MES AMIS DE MA PROMO :

Fatima,Feriel,Imene,Mouna,Romaissa,Yasmine,Abdou,Anis,Aziz,Dhiaaeddine,Ikbal,Nadir,Nassim,Noureddine,Raouf,Walid

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

Particulièrement à mon père

Je sais ce que ça signifie beaucoup pour toi de me voir là, tu m'as toujours encouragé et soutenu à ta façon, je ne saurais jamais te remercier assez mais j'espère que cela a satisfait un tout petit peu de tes attentes de moi , le meilleur est encore à venir .

À ma mère

ma source d'amour et de tendresse, je si m'étale à exprimer mes sentiments pour toi je serai obligé d'écrire un deuxième mémoire en littérature , tu es le meilleur exemple pour moi d'une personne qui combat pour ses rêves et pour sa passion , j'espère t'avoir à mes côtés toi et papa le plus longtemps possible toujours en bonne santé , pleins de bonheur et de fierté à la poursuite de mes rêves .

À mon grand-père Omar

Tu n'es pas seulement mon grand-père mais aussi mon meilleur ami, tu étais toujours intéressé à comprendre ce que je suis en train de faire dans mes études supérieures, et tu m'as toujours inspiré avec ta sagesse et ton expérience de la vie et encouragé avec tes prières, Que dieu te garde pour nous en bonne santé et plein de forme.

À toute ma famille

Mes grands-mères, mon frère, ma sœur, mes tantes, mes oncles et mes cousins

À mes amis proches

ملخص :

تم تنفيذ هذا العمل ومراقبته في مختبر هندسة المناجم في المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات للجزائر، وهو جزء من سياق المعالجة البيولوجية، حيث يركز عملنا على دراسة تأثير البكتيريا الحيوية على تذويب الكبريتات التي تحيط بحبيبات الذهب المجهرية المحاصرة في الصخور الكبريتية. تُعرف هذه العملية باسم المعالجة البيولوجية للصخور المعدنية وهي واحدة من أحدث التقنيات في استخراج المعادن الثمينة وله ميزة التقليل إلى أدنى حد من استخدام السيانيدات شديدة السمية على الصحة و الضارة بالبيئة وتقليل تكاليف الاستخراج. شملت الدراسة 4 عينات من منجم الذهب في أميسيسا. من أجل ترشيح الكبريتيدات عن طريق البكتيريا، تم إجراء عزل لأنواع البكتيرية الحديدية والمؤكسدة الكبريتات. في الواقع، تم استخدام مزيج من البكتيريا الحمضية الذاتية التغذية لهذا الغرض. وهكذا تم إجراء اختبارات ثابتة وديناميكية. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن الخليط الجرثومي المستخدم تسبب في انخفاض قيم درجة الحموضة بالتوازي مع قيم تركيزات الحديد الحديدية الموجودة في الوسط، والتي توفر معلومات عن النشاط الجرثومي الذي ينتج عنه أكسدة الحديد الثنائي إلى الحديد الثلاثي ويؤدي إلى إنتاج حمض الكبريت الذي يساهم في انخفاض درجة الحموضة. الكلمات المفتاحية: المعالجة البيولوجية، استخراج الذهب، البيئة، البكتيريا

Abstract :

This work was carried out and monitored at the Mining Engineering Laboratory at the ENP and is part of a biotreatment context, as our work focuses on studying the effect of biolixivative bacteria on the solubilization of sulphides that results in the release of microscopic gold grains trapped in sulphide rock. This process is known as bioleaching, which is one of the most recent biotechnologies in the extraction of valuable metals and has the advantage of minimizing the use of cyanides that are highly toxic to health and harmful to the environment and reducing extraction costs. The study included 4 samples from the Amesmesssa gold mine. In order to leach the sulphides by bacterial route, an isolation of the bacterial species ferro and sulfato-oxidizing was carried out. Indeed, a mixture of autotrophic chemolithotrophic acidophilic bacteria was used for this purpose. Thus static and dynamic tests were carried out. The results obtained show that the bacterial mixture used caused a drop in pH values parallel to those of the ferrous iron concentrations initially contained in the culture medium, which provides information on the bacterial activity that results in oxidation of ferrous iron to ferric iron and results in the production of sulphuric acid that contributes to the decrease in pH.

Keywords: Bioleaching , gold extraction , environment , bacteria

Résumé :

Le présent travail a été réalisé et suivi au niveau du laboratoire de Génie minier à l'ENP et rentre dans un contexte de biotraitement. En effet, notre travail s'intéresse à l'étude de l'effet des bactéries lixiviantes sur la solubilisation des sulfures qui aboutit à la libération des grains d'or microscopiques emprisonnés dans la roche sulfurée. Ce procédé est connu sous le terme de biolixiviation qui représente une des biotechnologies les plus récentes dans l'extraction des métaux de valeur et présente l'avantage de minimiser l'utilisation des cyanures très toxiques pour la santé et nocifs pour l'environnement et réduire les coûts d'extraction. L'étude a porté sur 4 échantillons en provenance de la mine aurifère d'Amesmesssa. Dans le but de réaliser la lixiviation des sulfures par voie bactérienne, un isolement d'espèce bactérienne ferro et sulfato-oxydante a été réalisé. En effet, une mixture de bactéries acidophiles chimiolithotrophes autotrophes a été utilisée pour ce but. Ainsi des essais statique et dynamique ont été effectués. Les résultats obtenus montrent que la mixture bactérienne utilisée a provoqué une chute des valeurs de pH parallèles à celles de concentrations du fer ferreux contenu initialement dans le milieu de culture. Cette chute des paramètres étudiés renseigne sur l'activité bactérienne qui se traduit par une oxydation du fer ferreux en fer ferrique et qui a comme conséquence la production de l'acide sulfurique qui contribue à la diminution du pH.

Mots clés : Biolixiviation , extraction de l'or , environnement , bactéries

Table des matières :

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 13

Chapitre I :

Etat des connaissances sur le traitement des minerais aurifères

I.1.Généralités sur les minerais aurifères	16
I.2.Types de traitement	16
I.2.1-Flottation	16
I.2.2-Grillage	18
I.2.3-Hydrométallurgie	19
I.2.4-Adsorption sur charbon actif	20
I.2.5-Amalgamation	20
I.2.6-Cyanuration	20
I.2.7-Biolixiviation	21

Chapitre II :

Description du site à l'étude

II.1. Localisation géographique	35
II.2. Aperçu géologique régional	35
II.3.Aperçu géologique du gisement Amesmessa	36
II.4. Estimation des ressources	38
II.5. Nature de la minéralisation	39
II.6. Méthode d'exploitation	40
II.7. Traitement du minerai	40

Chapitre III:

Méthodologie et protocole analytique

III.1.Prélèvement et échantillonnage	45
III.2. Préparation mécanique des échantillons :	46
III.3.Caractérisation physique	49
III.4.Caractérisation chimique	50
III.4.1.La fluorescence X	50
III.4.2.Microscopie optique	52
III.4.3.Spectroscopie Infrarouge FTIR	52
III.5.Etude de la lixiviation bactérienne du minerai	54
III.5.1Matériels de microbiologie utilisés	54

III.5.2.Isolement des bactéries acidophiles ferro-oxydantes	56
III.5.2.1. Echantillonnage	56
III.5.3.Suivi du réacteur de la lixiviation bactérienne	62
III.5.3.1.Mesure du pH	62
III.5.3.2.Dosage du fer	62
Chapitre IV :	
Résultats et interprétations	
IV.1.1.Caractérisation physique	66
IV.1.2.Caractérisation chimique	67
IV.1.3.Caractérisation minéralogique	70
IV.2.Caractéristiques des échantillons après traitement	73
IV.2.1.Observation microscopique des bactéries ferro et sulfato-oxydantes	73
IV.2.2.Caractérisation minéralogique par spectroscopie infrarouge	77
IV.2.3.Suivi du réacteur de la lixiviation bactérienne	79
IV.2.3.1.Dosage du fer ferreux	79
IV.2.3.2.Suivi de l'acidité	82
Conclusion générale	84
Références bibliographiques	85

Liste des figures:

Figure	Page
Figure 1 : Schéma synthétique des procédés classiques de traitement minéral (d'après Wills,1997)	18
Figure 2 : Libération de grains d'or piégés dans de l'arsénopyrite par biolixiviation ménagée. Photographies prises au microscope électronique à balayage. a) Avant biolixiviation, en électrons rétrodiffusés. b) Après un traitement par biolixiviation	22
Figure 3 : Mécanismes de contact et de non contact (Crundwell, 2003)	27
Figure 4 : Mécanismes de solubilisation des sulfures de métaux acido-solubles par attaque chimique et microbiologique (Schippers et Sand, 1999)	28
Figure 5 : Mécanismes de dissolution des sulfures de métaux acido-insolubles par attaque chimique et microbiologique (Schippers et Sand, 1999)	29
Figure 6 : Attaque biogéochimique de sulfure métallique (source : Valdès et al., 2008)	30
Figure 7 : Photographie montrant les installations de bioheap de Radio Hill en Australie (source : Pradhan et al., 2008)	32
Figure 8 : Photographie montrant les installations de l'usine de Kasese en Ouganda (source Morin D.et al, 2006)	33
Figure 9 : Localisation géographique du gisement aurifère d'Amesmesssa	35
Figure 10 : Carte géologique du gisement d'Amesmesssa	37
Figure 11 : Cuve d'exploitation filon 8	40
Figure 12 : Schéma explicatif du procédé de traitement du minerai à l'usine d'Amesmesssa	42
Figure 13 : illustration d'un lingot d'Or	43
Figure 14 : Echantillon 1	46
Figure 15 : Echantillon 2	46
Figure 16 : Echantillon 3	46

Figure 17 : Echantillon 4	46
Figure 18 : Concasseur à mâchoire	47
Figure 19 : Broyage des échantillons	47
Figure 20 : Echantillonnage à l'aide du diviseur à cône rotatif	48
Figure 21 : Détermination de la masse volumique par la méthode de l'prouvette graduée	49
Figure 22 : Détermination de la masse volumique des grains solides	48
Figure23 : Principe de la fluorescence X	51
Figure 24 : L'analyseur Niton XL2	52
Figure 25 :Schéma de principe de fonctionnement d'un FTIR	53
	54
Figure 26 : Spectroscopie infrarouge BUCK 530 du laboratoire du Génie minier	
Figure 27 : Autoclave	54
Figure 28 : Incubateur	55
Figure 29 : Paillasse de travail	55
Figure 30 : Préparation du Milieu 9K	57
Figure 31 : Agitation des échantillons dans le milieu 9K	58
Figure 32 : incubation des deux milieux avec les échantillons composites des minerais :A droite, milieu 9K à gauche, bouillon nutritif	58
Figure 33 :Centrifugation des culots	59
Figure 14 : Filtration avec la pompe à vide	60
Figure 35 : Incubation des échantillons statiques	61
Figure 36 : Echantillons dynamiques	62

Figure 37 : Dosage de fer	63
Figure 38: Schéma explicatif des différentes étapes	64
Figure 39 : Spectre de fluorescence X de l'échantillon 1	68
Figure 40 : Spectre de fluorescence X de l'échantillon 2	69
Figure 41 : Spectre de fluorescence X de l'échantillon 3	69
Figure 42 : Spectre de fluorescence X de l'échantillon 4	70
Figure 43: Cristaux de Quartz très déformés	71
Figure 44 : Plage de Quartz présentant une extinction roulante	71
Figure 45 : Remplissage des microfissures présentes dans le Quartz (Kheloufi et al, 2016)	72
Figure 46 : Oxydes de fer cicatrisants des microfissures dans le Quartz (Kheloufi et al, 2016)	72
Figure 47 : Spectre infrarouge du minerai aurifère brut	73
Figure 48 : Bactéries acidophiles de l'inoculum observées au microscope photonique (GrX400)	74
Figure 49 :Aspect macroscopique de <i>Thiobacillus ferroxidans</i> cultivée sur milieu sélectif N2K solide	76
Figure 50 : Spectre infrarouge des phases minéralogiques observées après traitement en système statique	77
Figure 51 : Spectre infrarouge des phases minéralogiques observées après traitement en système dynamique	78
Figure 52 : Evolution de la quantité de Fe ²⁺ en fonction du temps d'incubation, en mode statique	79

Figure 53 : Evolution de la quantité de Fe^{2+} en fonction du temps d'incubation, en mode dynamique 79

Figure 54 : Evolution de la valeur du pH en fonction du temps dans un réacteur de lixiviation biologique en mode statique 82

Figure 55 : Evolution de la valeur du pH en fonction du temps dans un réacteur de lixiviation biologique en mode dynamique 82

Liste des tableaux

Tableau	Page
Tableau 1 : matières premières traitables par lixiviation	19
Tableau 2 : Caractéristiques des principales bactéries acidophiles oxydatrices du fer et du soufre (sources: Norris, 1990, Ritcey, 1989, Pivovarova et Golovacheva, 1985).	23
Tableau 3 : ressources totales du gisement (ORGM, 01 Octobre 1993)	38
Tableau 4 : ressources des filons 9 et 8 (ORGM, 01 Octobre 1993)	38
Tableau 5 : ressources des filons 9 et 8 (RSG GLOBAL, 30 Juin 2005)	39

Tableau 6 : Coordonnées des échantillons prélevés	45
Tableau 7 : Composition du bouillon nutritif	56
Tableau 8 : Composition chimique du milieu 9K (Silverman et Lundgren, 1959)	57
Tableau 9 : résultats obtenus pour la masse volumique apparente des échantillons de La mine d'Amesmess.	66
Tableau 10 : résultats du poids volumiques des particules solides	67
Tableau 11 : Analyse à Fluorescence X permettant de déterminer les concentrations en pourcentage des éléments chimiques dans les échantillons	67
Tableau 12 : Fréquences et intensités observées pour les différents groupements	73
Tableau 13 : Fréquences et intensités observées pour les différents groupements après traitement (système statique)	77
Tableau 14 : Fréquences et intensités observées pour les différents groupements après traitement (système dynamique)	78

Introduction

L'Algérie occupe le 25^e rang mondial et 3^e des pays arabes par ses réserves d'or estimées à fin 2015 à 173.6 tonnes après l'Arabie Saoudite (322.9 tonnes) et le Liban (286.8 tonnes), selon le classement des réserves officielles d'or détenues par les États dévoilé dans le dernier rapport du Conseil mondial de l'or (CMO ,2015).

L'or a toujours eu une certaine importance dans la plupart des cultures du monde. Symbole de richesse, de pouvoir et de prospérité, il fascine à travers les âges. L'or était, jusqu'alors, traditionnellement utilisé sous forme de bijoux ou objets ainsi que comme valeur refuge pour faire face aux fluctuations de l'économie.

Seulement, depuis quelques décennies, sont apparues de nouvelles applications dans le développement d'utilisation de nanoparticules d'or. Compte tenu des propriétés physiques de l'or, ce métal précieux joue un rôle fondamental dans toutes les nanotechnologies quelque soit le domaine en jeu (médical, industriel...). La demande mondiale de l'or de ce fait est alors en hausse, ce qui a augmenté l'exploration des dépôts de ce métal dans la nature.

Le traitement par cyanuration des minerais aurifères est la méthode d'extraction de l'or la plus couramment utilisée depuis un siècle (Monroy, 1993).

Jusqu'à la fin des années 1970, les minerais et concentrés sulfurés aurifères étaient traités par grillage oxydant. Cependant ce traitement posait à cette époque deux inconvénients majeurs : les énormes décharges toxiques dans l'atmosphère, et parfois, des faibles récupérations d'or obtenues en raison de l'encapsulation des particules libres et libérés d'or métallique dans des oxydes de fer à faible porosité.

Une des alternatives proposées à partir des années 1980 comportait le développement d'un procédé d'oxydation des sulfures porteurs de l'or par voie biologique, cette technique étant basée sur la capacité qu'ont certaines bactéries le plus souvent des *Thiobacillus*, d'oxyder les sulfures minéraux.

Les premières études de laboratoire et les applications industrielles de la lixiviation assistée par voie bactérienne de minerais de cuivre et d'uranium ont encouragé les recherches sur cette voie pour le traitement des minerais aurifères. Cependant, une différence importante était à souligner pour le traitement biologique des minerais aurifères par rapport aux minerais de cuivre et d'uranium, car le métal à valoriser - l'or - n'est pas solubilisé lors de la biolixiviation du minerai. Il est seulement rendu libre pour pouvoir ensuite être récupéré par cyanuration ou un autre procédé de lixiviation de l'or.

La biohydrometallurgie présente néanmoins l'avantage d'être plus respectueuse de l'environnement en limitant les rejets toxique dans l'air ou dans les eaux de surfaces.

La présente étude a pour objectif :

- d'évaluer les capacités de lixiviation de l'or par des bactéries autochtones de la mine aurifère d'Amesmassa (Isolement des bactéries à partir du minerai).
- d'étudier la lixiviation bactérienne de quatre échantillons provenant du minerai aurifère d'Amesmassa par deux approches : statique et dynamique.
- d'analyser les lixiviats et résidus solide produits par les différents essais de lixiviation bactérienne.

Outre l'introduction et la conclusion générale, notre travail se subdivise en quatre chapitres. Les deux premiers, essentiellement bibliographiques, le troisième concerne la description des matériels et méthodes utilisées pour les expérimentations et le dernier présente les résultats et discussions.

Chapitre I :

Etat des connaissances sur le traitement des minerais aurifères

I .1.Généralités sur les minerais aurifères :

L'or est un métal précieux de grande valeur, utilisé principalement comme un bijou ou une monnaie, et récemment dans les appareils électroniques et les prothèses médicaux, il a toujours fait l'objet d'exploitation depuis les anciennes civilisations.

C'est un métal jaune brillant, le plus malléable et ductile des métaux, c'est-à-dire qu'on peut l'étendre et l'aplatir le plus possible. Chimiquement inactif, il ne rouille pas et ne se décolore pas. Sous l'action de l'eau, de l'air ou de la plupart des bases et acides, il ne subit aucune dégradation.

Un minerai aurifère est une roche naturelle ou un sédiment qui contient une quantité d'or suffisante pour faire l'objet d'une extraction et en recouvrir les coûts.

L'or peut s'associer à d'autres minéraux, ceci influe sur la couleur du minerai. L'or est de couleur jaune qui blanchît en fonction de pourcentage d'argent qui lui est associé, des fois il s'associe à la pyrite qui lui ressemble fortement et là la distinction ne peut se faire qu'en les réchauffant afin de dissoudre la pyrite.

On distingue deux types de gisements aurifères :

1. Gisements primaires : Ce sont les veines et les filons hydrothermaux de quartz où l'or s'est formé à partir des liquides résiduels lors de la cristallisation de magma à grande profondeur, transporté par la suite avec la silice et d'autres éléments métalliques grâce à la remontée d'eau chaude sous pression, il cristallise en s'associant aux sulfures lorsque la température et la pression diminuent près de la surface.
2. Gisements secondaires : Se sont formés à partir de la dégradation des filons primaires pour former des gisements de placers alluviaux où l'or est déposé par le mouvement de l'eau et transporté par gravité.

Dans la plupart des cas le minerai aurifère est de couleur brune, couleur de fer métallique ou mélangé avec une roche de quartz blanc.

I .2.Types de traitement

L'extraction d'or nécessite d'abord l'extraction de la roche hôte et par la suite plusieurs étapes de traitement sont requises afin d'élaborer ce métal précieux et à ce sujet plusieurs types de traitement sont possibles à savoir :

I .2.1-Flottation :

La flottation est une technique de séparation physico-chimique de minéraux basée sur la différence de propriétés de surface entre le minéral désiré et la gangue de manière à faire flotter le minéral précieux et faire passer le stérile en produit de cellule . (Wills mineral processing technology 2006)

Le processus d'extraction par flottation comprend trois mécanismes :

1. L'attachement sélectif aux bulles d'air.
2. L'entraînement dans l'eau qui passe à travers l'eau.
3. L'emprisonnement physique des particules attachées aux bulles d'air dans la mousse (appelé souvent agrégation).

Les réactifs utilisés pour réaliser cette technique sont :

- Collecteurs : Ce sont des composés organiques sélectifs qu'on ajoute dans la pulpe qui rendent les minéraux hydrophobes afin de les faire flotter. L'action des collecteurs consiste à diminuer la mouillabilité des surfaces des minéraux par la formation sur leur surface, des pellicules hydrophobes qui contribuent à une meilleure adhérence des particules aux bulles d'air. Une période d'agitation de la pulpe est nécessaire afin de permettre l'adsorption des collecteurs.
- Déprimants (dépresseurs) : Ces réactifs sont utilisés afin d'augmenter la sélectivité de la flottation, leur action consiste à diminuer l'hydrophobicité de certains minéraux de la roche stérile ou de diminuer la flottabilité des minéraux qui doivent passer en produits de cellule. Les déprimants empêchent la fixation des collecteurs sur la surface des minéraux.
- Activants : Ils contribuent à la fixation des collecteurs sur la surface des minéraux.
- Régulateurs du milieu : Ils sont utilisés afin de créer les conditions favorables lors de la flottation, leur destination principale est le réglage de la composition des ions dans la pulpe. Les régulateurs exercent une influence sur les procédés d'action des collecteurs (intensifier ou réduire l'hydrophobicité envers un certain minéral donc modifier la sélectivité de l'action), des activants, des déprimants avec les minéraux ou sur le pH.
- Moussants ; ils contribuent à la dispersion de l'air qui est aspiré dans la cellule de flottation et ils contribuent à la formation d'une mousse stable et solide.

La flottation est influencée par :

- La température de la pulpe.
- La quantité de réactifs utilisés.
- La granulométrie des grains.
- Le temps de flottation.
- Le degré d'uniformité du minerai (variation de dureté, broyabilité, teneur en minéral et de flottabilité).
- Type de circuit utilisé.

La flottation est une méthode particulièrement bien adaptée à la séparation des minerais composés comme plomb-zinc, cuivre-zinc etc, des minéraux sulfurés (blende, galène, chalcopirite, pyrite, ...), des sulfures aurifères, des oxydes (hématite, cassitérite), et des minerais non métalliques comme la fluorite et les phosphates.(fig 1.1).

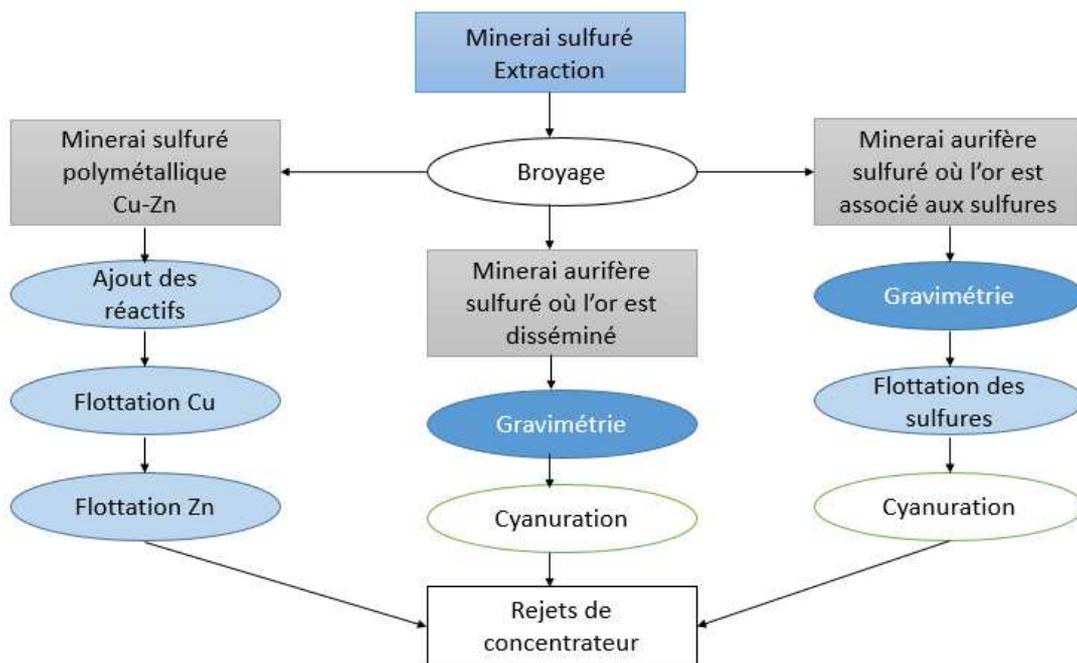


Figure 1 : Schéma synthétique des procédés classiques de traitement minéral (d'après Wills,1997)

I .2.2-Grillage :

Le grillage est un processus de chauffage du minerai sulfuré à une température élevée en présence d'air. C'est une étape du traitement de certains minerais. Plus spécifiquement, le grillage est un processus métallurgique impliquant des réactions gaz-solides à des températures élevées dans le but de purifier le ou les composants métalliques. (Greenwood, Norman N.; Earnshaw, Alan (1997). Chemistry of the Elements (2nd ed.). Butterworth-Heinemann. ISBN 978-0-08-037941-8). A cause de son coût opératoire élevé, cette technique n'est appliquée que sur des concentrés obtenus par flottation. Le grillage des concentrés d'or est pratiqué lorsque des sulfures de fer, d'arsenic ou d'antimoine sont présents.

Il permet de libérer l'or submicroscopique contenu dans les sulfures :

- D'éliminer l'arsenic et à un degré moindre, l'antimoine qui sont néfastes à la cyanuration
- D'oxyder certains sulfures comme la pyrrhotine, soluble dans les cyanures
- De détruire les réactifs organiques (floculants, collecteurs ...)
- De détruire les matières carbonées qui peuvent fixer l'or cyanuré

Les produits grillés sont ensuite traités par cyanuration après avoir subi éventuellement un rebroyage et la plupart du temps un lavage acide ou basique, permettant l'élimination des ions les plus gênants, le cuivre et l'arsenic résiduels en particulier. (J.LIBAUDE et G.MORIZOT , « INDUSTRIE MINÉRALE – LES TECHNIQUES » JUIN 1984)

I .2.3-Hydrométallurgie :

L'hydrométallurgie est un développement relativement récent par rapport à la pyrométallurgie, l'ancien art de production des métaux .L'hydrométallurgie est l'ensemble des méthodes qui utilisent des solutions aqueuses ou organiques afin d'élaborer les métaux, les sels métalliques ou autre composés métalliques par le biais des réactions chimiques .Le processus hydrométallurgique opère dans une plage de température allant de 25 à 250°C , la pression quant à elle varie de quelques kilopascals jusqu'à 5000 kPa. (Hydrometallurgy in extraction processes 1990)

La lixiviation ou la dissolution est le premier prérequis de n'importe quel processus hydrométallurgique. Lixiviation est le terme appliqué au processus de récupération d'un métal à partir d'un minerai par un solvant ou un lixiviant. Les deux paramètres fondamentaux que les hydrométallurgistes peuvent utiliser pour contrôler le comportement des métaux dans les solutions aqueuses sont le pH et le potentiel d'oxydation.

Le pH de la solution détermine le caractère acido-basique du système et représente le paramètre principal qui contrôle la solubilité des espèces métalliques hydrolysées ou solubilisées, le potentiel d'oxydation dans un système aqueux détermine les valences ou les états d'oxydation du métal et l'espèce de ligand.

Le tableau 1 présente quelques matières premières qu'on peut traiter avec la lixiviation :

Tableau 1 : matières premières traitables par lixiviation

Catégorie	Exemples
Métaux	Métaux précieux, métaux nucléaires, métaux oxydo-réducteurs, cuivre, nickel et cobalt.
Oxydes et hydroxydes	Bauxite, latérites, minerais d'uranium, de zinc et calcines, minerais de manganèse et nodules, rutil, minerais d'oxydes de cuivre
Oxydes complexes	Chromite, niobite-tantalite, pyrochlore, ilmenite, wolframite, scheelite, magnétites tetanoferreuses
Sulfures	Sulfures des métaux primaires comme cuivre, nickel, plomb ou zinc, molybdénite
Phosphates	Roches de phosphate, sable de monzanite
Silicates	Beryl, spodumène, kaolinite, serpentine, zircon
Sélénites et tellurites	Boues anodiques de l'électrolyse de cuivre
Catalyseurs usés	Nickel, molybdène, vanadium
Scories et boues	laitier de convertisseur de cuivre, boue de vanadium, boue de ferroalliage

La récupération du métal pur se fait grâce à l'électrolyse, mais avant cela des agents doivent être ajoutés à la solution aqueuse afin de séparer les différents constituants de la substance primaire soit par oxydation ou par réduction.

I .2.4-Adsorption sur charbon actif :

Le principe de la récupération de l'or par le charbon actif repose sur la propriété qu'ont les matières carbonées activées d'absorber l'or contenu dans les solutions de cyanure. Le charbon actif utilisé est préparé à partir de charbon végétal naturellement dur (noyaux de fruit, noix de coco) traité spécialement pour développer sa capacité d'adsorption et sa porosité, un tri granulométrique permet ensuite de préparer un charbon actif de granulométrie resserrée, comprise généralement entre 0.3 et 3 mm.

A la sortie de la cyanuration, la pulpe de minerai finement broyé est envoyée dans une série de réacteurs à agitation mécanique où le charbon actif est mélangé avec la pulpe. Un criblage final permet de séparer la pulpe de minerai stérile du charbon chargé, enfin d'adsorption, le charbon est récupéré et traité par élution.

Parmi les avantages du charbon actif est qu'il peut non seulement traiter des solutions aurifères mais aussi directement des pulpes de minerais après attaque au cyanure donc il permet d'éviter toute séparation solide-liquide en fin de cyanuration ce qui est bien adapté dans le cas des minerais difficilement filtrables ou décantables, un autre avantage important est la possibilité de recyclage du charbon actif dans l'installation au lieu de son grillage. (J.LIBAUDE et G.MORIZOT , « INDUSTRIE MINÉRALE – LES TECHNIQUES » JUIN 1984)

I .2.5-Amalgamation :

La tension superficielle à l'interface Or-Mercure très inférieure à celle de l'eau avec l'or, permet un contact préférentiel et favorise la combinaison des deux métaux, qui forment alors un ensemble de composés métalliques appelé amalgame.

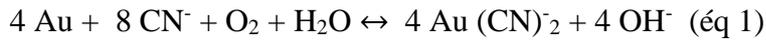
Après séparation par gravimétrie et passage sur des plaques de cuivre, l'amalgame est pressé dans une peau de chamois pour éliminer le mercure résiduel, puis distillé vers 350° à 450°C. Le mercure condensé est recyclé. L'or restant au fond de cornue est envoyé à l'affinage.

L'application de ces techniques sur les tout-venants est quasiment abandonnée à cause des dangers présentés par la manipulation du mercure, une cyanuration intensive ou l'envoi directement à la fonderie sont appliqués afin de remplacer l'amalgamation. (J.LIBAUDE et G.MORIZOT , « INDUSTRIE MINÉRALE – LES TECHNIQUES » JUIN 1984)

I .2.6-Cyanuration :

La cyanuration est la méthode de traitement des minerais aurifères la plus largement utilisée. Il s'agit d'une méthode simple capable de traiter des minerais de types très divers et qui consiste à la mise en solution de l'or grâce à l'ajout d'une solution cyanurée au minerai broyé afin de créer un complexe Or-Cyanure qui sera par la suite traité par adsorption sur charbon actif .

La réaction globale de cyanuration :



Cette équation indique que la présence de l'oxygène est nécessaire pour que la réaction ait lieu, ce dernier est fourni à la solution par un simple barbotage d'air.

Une condition importante à respecter est l'alcalinité du milieu (pH de 9 à 11.7) afin d'éviter la transformation des cyanures par hydrolyse en acide cyanhydrique HCN gazeux extrêmement toxique. Pour cela l'addition de chaux ou de soude est effectuée pour contrôler l'alcalinité du milieu.

Le temps d'attaque industriellement appliquée varie de 16 à 40h, une récupération des particules d'or grossier permet de réduire les temps de séjour et les pertes en métal dans les rejets de cyanuration.

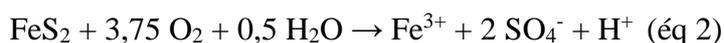
Dans certains minerais la satisfaction des conditions cités en dessus n'est pas possible à cause de la rentabilité économique et par conséquent un prétraitement préalable est appliqué tel que le grillage.

I .2.7-Biolixiviation :

La biolixiviation est un processus de mise en solution des métaux à partir des sulfures métalliques à l'aide des microorganismes. (J.LIBAUDE et G.MORIZOT , « INDUSTRIE Minérale – LES TECHNIQUES » JUIN 1984)

Le rôle des micro-organismes est d'accélérer la réaction d'oxydation des sulfures , la maîtrise de cette catalyse biologique a permis de concevoir des procédés industriels d'extraction de métaux comme le cuivre, l'or, le cobalt et le nickel complémentaires aux moyens actuels d'exploitation des ressources minérales primaires. (Dominique Morin Géosciences n°11 Juillet 2010)

En milieu naturel, le minéral sulfuré dont la dégradation par biolixiviation la plus fréquemment observée est la pyrite. De formule chimique FeS_2 , la pyrite est le sulfure métallique le plus abondant sur Terre, exploité depuis des siècles pour la fabrication d'acide sulfurique. Au contact de l'air, la réaction globale d'oxydation de la pyrite obéit à l'équation suivante :



La matrice cristalline de la pyrite peut contenir ou être associée à des métaux comme l'or, le cobalt, le nickel ou le cuivre qu'il est économiquement intéressant d'extraire par un traitement par biolixiviation. Ces métaux peuvent être présents sous forme de composés sulfurés ou sous forme élémentaire dans le cas de l'or, ou encore inclus dans le réseau cristallin de la pyrite qu'il faudra donc détruire, au moins partiellement, pour récupérer le métal de valeur.

Il arrive par exemple que la pyrite piège de l'or au point qu'il est impossible, même après un broyage très poussé, de libérer une fraction significative du métal précieux des minerais qui

ont cette caractéristique. Les techniques minéralurgiques conventionnelles basées sur les différences de densité et de taille des minéraux ou de solubilité dans des solutions aqueuses complexantes (cyanure) restent alors impuissantes.

L'oxydation par biolixiviation des sulfures conduit à la libération de l'or qui reste inaltéré mais devient physiquement accessible aux traitements habituels.

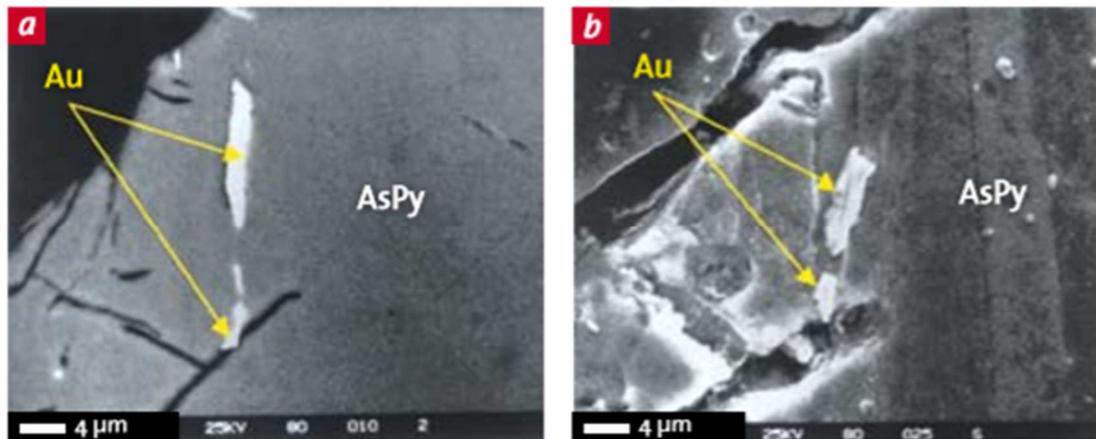


Figure 2 : Libération de grains d'or piégés dans de l'arsénopyrite par biolixiviation ménagée. Photographies prises au microscope électronique à balayage. a) Avant biolixiviation, en électrons rétrodiffusés. b) Après un traitement par biolixiviation

I .2.7.1.Bactéries

Dans la nature existent différents types de bactéries et parmi celles-ci, ce sont les bactéries dites chimiolithotrophes qui vont attirer le plus l'attention de l'industrie minière. Ces bactéries utilisent, en l'absence de lumière, l'oxydation de substances minérales comme source d'énergie pour les synthèses cellulaires et la croissance. Cependant, les bactéries chimiolithotrophes sont très diverses suivant le type de substrat métabolisé, leur mode d'utilisation du carbone et leur habitat. Un certain nombre de bactéries chimiolithotrophes (Thiobacillus ferrooxidans, Thiobacillus thiooxidans, ...) ont été reconnues comme responsables de l'oxydation de sulfures minéraux dans différents habitats dont l'acidité (parfois extrême) est la principale caractéristique, ce qui conduit à considérer ces bactéries comme acidophiles.

Celles-ci ont été identifiées en abondance dans des sources sulfureuses géothermiques acides, dans des opérations minières, dans des anciens terrils miniers, dans des tas de minerai, dans des eaux acides de mines ou de traitements miniers ou bien dans des sols ou boues acides (tableau 2). Elles sont divisées en bactéries mésophiles, thermophiles modérées et thermophiles extrêmes en fonction de leur température optimale de croissance.

Parmi celles-ci, seules les bactéries avec un potentiel important d'application dans l'industrie minière, par leur capacité à oxyder le fer et le soufre, seront décrites brièvement : (Monroy Fernandez (1993). Biolixiviation -Cyanuration de minerais sulfurés aurifères réfractaires en dispositifs de percolation : Comportement des populations de Thiobacillus ferrooxidans et influence de la minéralogie et de conditions opératoires.

Tableau 2 : Caractéristiques des principales bactéries acidophiles oxydatrices du fer et du soufre (sources: Norris, 1990, Ritcey, 1989, Pivovarova et Golovacheva, 1985).

Bactérie	Température °C (optimum)	pH (optimum)	Croissance par oxydation de :	Source de carbone	Accepteur final d'électrons	Taille	Aérobicité
<i>Thiobacillus Ferrooxidans</i>	2-40 (30-32)	1.0-5.0 (1.8)	Fe ²⁺ , MeS, S ⁰ , S ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻	CO ₂	Oxygène (Fe en anaerobiose)	0.5 µm diam 1.5 µm long	+ (anaerobie facultatif)
<i>Thiobacillus Thiooxidans</i>	2-40 (30-32)	0.5-5.0 (1.8)	S ⁰ , S ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻	CO ₂	Oxygène	0.5 µm diam 1.5 µm long	++
<i>Thiobacillus Thioparus</i>	23-35	4.5-7.8 (7.0)	S ⁰ , S ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻ , Thiocyanate	CO ₂	Oxygène NO ₃ ⁻ en Anaerobiose	0.5 µm diam 3 µm long	+ (anaerobie Facultatif)
<i>Thiobacillus Acidophilus</i>	20-37 (25-30)	1.5-6.0 (6.0)	S ⁰ , S ₂ O ₃ ²⁻	CO ₂ C _{organique}	Oxygène	0.5 µm diam 1.5 µm long	+
<i>Thiobacillus Neapolitanus</i>	23-37	4.5-7.8 (7.0)	S ⁰ , S ₂ O ₃ ²⁻	CO ₂	Oxygène	0.5 µm diam 1.5 µm long	+
<i>Thiobacillus Novellus</i>	20-40	5-9.5 (7.0)	S ₂ O ₃ ²⁻ , Composés Organiques	CO ₂	Oxygène	0.8 µm diam 2.0 µm long	++
<i>Leptospirillum Ferrooxidans</i>	2-40 (30-35)	1.5-5.0 (2.5)	Fe ²⁺ , FeS ₂	CO ₂	Oxygène	0.2-0.8 µm diam 0.9-1.1 µm long Plymorphisme, souvent en spirale	++
<i>Sulfobacillus Thermo-Sulfidoxidans</i>	30-58 (45-49)	1.7-4.05 (2.1-2.5)	Fe ²⁺ , S ⁰ , MeS	CO ₂ C _{organique}	Oxygène	0.6-0.8 µm diam 1.0-3.0 µm long Polymorphisme	+

<i>Thiobacillus Denitrificans</i>	20-40	6.0-8.0	S ⁰ , S ₂ O ₃ ²⁻ , Dithionite, Tetrathionate	CO ₂	Oxygène (NO ₃ - en Anaerobiose)	0.5 µm diam 2.0 µm long	+ (anaerobie Facultatif)
<i>Thiobacillus Thermo-Sulfidooxidans</i>	37-55	1.5-5.0	Fe ²⁺ , S ⁰ , MeS Composés Organiques	CO ₂	Oxygène	0.5 µm 2.0 m µm long	+
<i>Sulfolobus Acidocaldarius</i>	55-85 (70-75)	0.9-5.9 (2.0-3.0)	Fe ²⁺ , MeS, S ⁰ , S ²⁻	CO ₂ C _{organique}	Oxygène (Fe 3 en Anaerobiose)	0.7 à 1.5 µm Sphérique	+ (Anaerobie facultatif)
<i>Sulfolobus Brierleyi</i>	45-75 (70)	1.5-7.0 (1.5-2.0)	Fe ²⁺ , MeS, S ⁰ , S ²⁻	CO ₂ C _{organique}	Oxygène (Mo en anaerobiose)	0.7 à 1.5 µm Sphérique	+ (anaerobie Facultatif)
<i>Sulfolobus Sulfataricus</i>	50-89 (70-75)	1.0-5.5 (3.5-5.0)	S ⁰ S ²⁻	CO ₂ C _{organique}	Oxygène	0.7 à 1.5 µm Sphérique	+ (anaerobie facultatif)
<i>Souche TH1/BC1</i>	?-60 (50)	1.1-3.5 (2.6)	Fe ²⁺ , S ⁰ , MeS	CO ₂ C _{organique}	Oxygène	0.8 µm diam 1.6 à 6.0 µm long en fonction du substrat	+

1. Bactéries mésophiles :

Dans cette catégorie de bactéries chimiolithotrophes acidophiles, se trouvent principalement le type Acidithiobacillus et le type Leptospirillum dont la température optimale de croissance se situe en-dessous de 45°C. Dans le type Acidithiobacillus, on peut retrouver des sous-groupes, principalement Acidithiobacillus ferrooxidans et Acidithiobacillus thiooxidans (Karavaiko et al., 1995). Ces bactéries tirent leur énergie de l'oxydation des plusieurs composés de soufre : soufre élémentaire, thiosulfate, sulfure, polythionates et sulfite mais aussi de l'oxydation du fer.

2. Bactéries thermophiles modérées :

Isolées dans des zones géothermiques acides, cette catégorie de bactérie semble être de plus en plus la plus prometteuse dans les applications industrielles actuelles de biolixiviation des minerais sulfurés surtout ceux comprenant principalement la chalcopirite comme minéral sulfuré renfermant les métaux valorisables. Elles tirent leur énergie de l'oxydation du fer, des espèces réduites du soufre et des sulfures métalliques pour leur croissance et leur température optimale de croissance se situe entre 45 et 50°C.

Parmi les espèces les plus rencontrées dans cette catégorie de bactérie, on peut citer *Acidithiobacillus caldus*, *Sulfobacillus* (tolérant jusqu'à 63°C), *sulfobacillus thermosulfidooxidans*, *Sulfobacillus acidophilus* et *Acidimicrobium* (Norris, 1997).

3. Bactéries thermophiles extrêmes :

Cette catégorie de bactérie acidophile est caractérisée par une température optimale de croissance autour de 70°C. Les bactéries les plus rencontrées de cette catégorie sont des *sulfolobus* qui se présentent sous forme de petites bactéries sphériques de 0,7 à 1,0µm de diamètre. Elles tolèrent en outre des pH très acides (jusqu'à des valeurs de pH=0,8), ce qui les différencie des autres catégories de bactéries acidophiles mésophiles et thermophiles modérées. Par contre, elles tirent aussi l'énergie nécessaire à leur croissance de l'oxydation du fer et celle des composés réduits du soufre et de sulfures métalliques. On retrouve dans cette catégorie des espèces telles que *Sulfolobus acidocaldarius*, *Sulfolobus brierleyi* et *Sulfolobus solfataricus* (Norris, 1997).

I .2.7.2.Mécanismes de biolixiviation des sulfures métalliques :

Deux mécanismes sont généralement décrits dans le processus de biolixiviation des sulfures métalliques à savoir le mécanisme direct et le mécanisme indirect .

(a) Mécanisme direct :

Les bactéries en contact avec le minéral sulfuré oxydent la phase sulfurée en sulfate par des moyens biologiques directs sans exiger la présence d'ions ferriques ou ferreux (Shrihari et al., 1995 ; Crundwell, 2003).



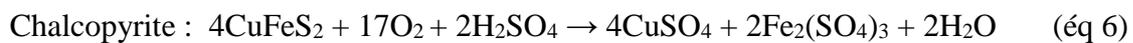
En général les sulfures sont insolubles dans les milieux lixivants acides, tandis que leurs sulfates sont presque tous solubles. La réaction se passe donc à l'interface entre le solide et la phase aqueuse où sont inoculées les bactéries. La réaction se passe par contact de la bactérie

avec le minéral sulfuré solide de sorte que la cinétique dépend de la surface spécifique du minéral et des produits qui se forment en surface, qui tendent souvent à gêner ce contact.

Le soufre qui se forme a tendance à passiver les particules solides et arrêter la dissolution des sulfures. Il est éliminé en surface par oxydation catalysée par les bactéries selon la réaction suivante :



Cas de quelques minéraux sulfurés d'intérêt métallurgique (Dreisinger, D., 2006):



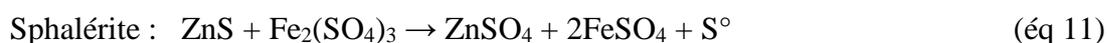
(b) Mécanisme indirect :

Les bactéries oxydent les ions ferreux en ions ferriques et les ions ferriques oxydent ensuite le minéral sulfuré. La réaction principale de dissolution des sulfures métalliques est une réaction chimique entre le fer ferrique et les sulfures (Schippers et al., 1996):



La bactérie régénère constamment le fer ferrique en solution par la réaction catalytique et le soufre formé est, comme dans le premier mécanisme, oxydé par la bactérie en acide sulfurique suivant la réaction (éq 4).

Cas de quelques minéraux sulfurés d'intérêt métallurgique (Dreisinger, D., 2006) :



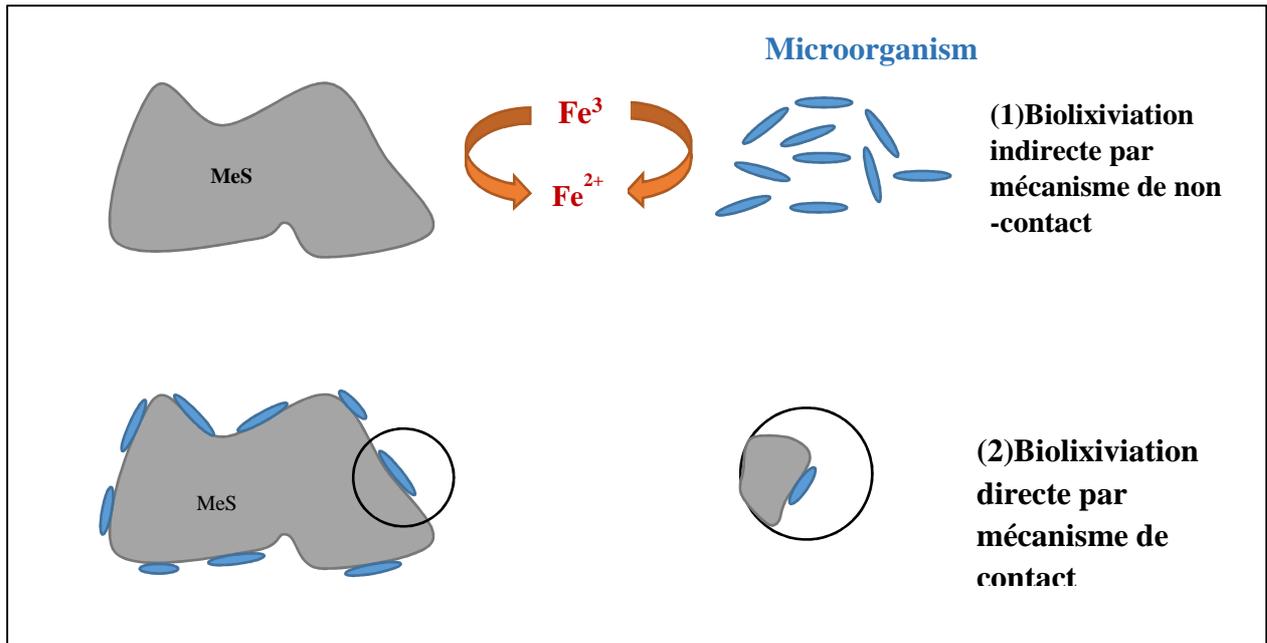


Figure 3 : Mécanismes de contact et de non contact (Crundwell, 2003)

Afin de comprendre et définir le mécanisme de biolixiviation des sulfures par la notion de solubilité des sulfures métalliques en présence des ions d'hydrogène, deux mécanismes de biolixiviation ont été proposés par Schippers et al., 1999 : le mécanisme de thiosulfate et le mécanisme de polysulfure.

Le mécanisme de biolixiviation des sulfures métalliques est lié à une propriété très importante qui est la configuration électronique de ces derniers (Tributsh et Bennet, 1981 ; Sand et al., 1998 ; 2001 ; Edelbro et al., 2003 ; Schippers, 2004).

Selon la nature de liaison entre le soufre et l'atome métallique, les sulfures de métaux seront attaqués soit par oxydation ou par protonation, et cela diffère d'un sulfure métallique à un autre. Par exemple, les bandes de valence du FeS_2 , MoS_2 et WS_2 étant uniquement issues des liaisons chimiques entre les atomes métalliques, celles-ci ne contribuent pas à la liaison chimique entre le métal et le soufre dans le cristal. La liaison M-S étant uniquement ionique (Welz et Rosenberg, 1987, cité par Gounou, 2008), par conséquent, ces sulfures sont uniquement altérables par oxydation, par exemple, par les ions Fe^{3+} . D'un autre côté, les sulfures métalliques comme ZnS , PbS , MnS_2 ou $CuFeS_2$ dont les bandes de valence présentent la participation des orbitales des métaux et du soufre sont acido-solubles (Crundwell, 1988; Schippers et Sand, 1999).

(a) La Lixiviation des sulfures de métaux acido-solubles : La lixiviation des sulfures de métaux acido-solubles est un processus chimique qui connaît la contribution des ions ferriques et des protons. Les microorganismes produisent des composés chimiques et créent des espaces où les réactions de biolixiviation peuvent avoir lieu (Rawlings, 2005).

Le mécanisme polysulfure désigne le mécanisme de solubilisation de cette lixiviation. Il est caractérisé par l'attaque combinée des ions ferriques et des protons avec le soufre élémentaire comme principal composé intermédiaire (Figure 4) (Schippers et Sand, 1999).

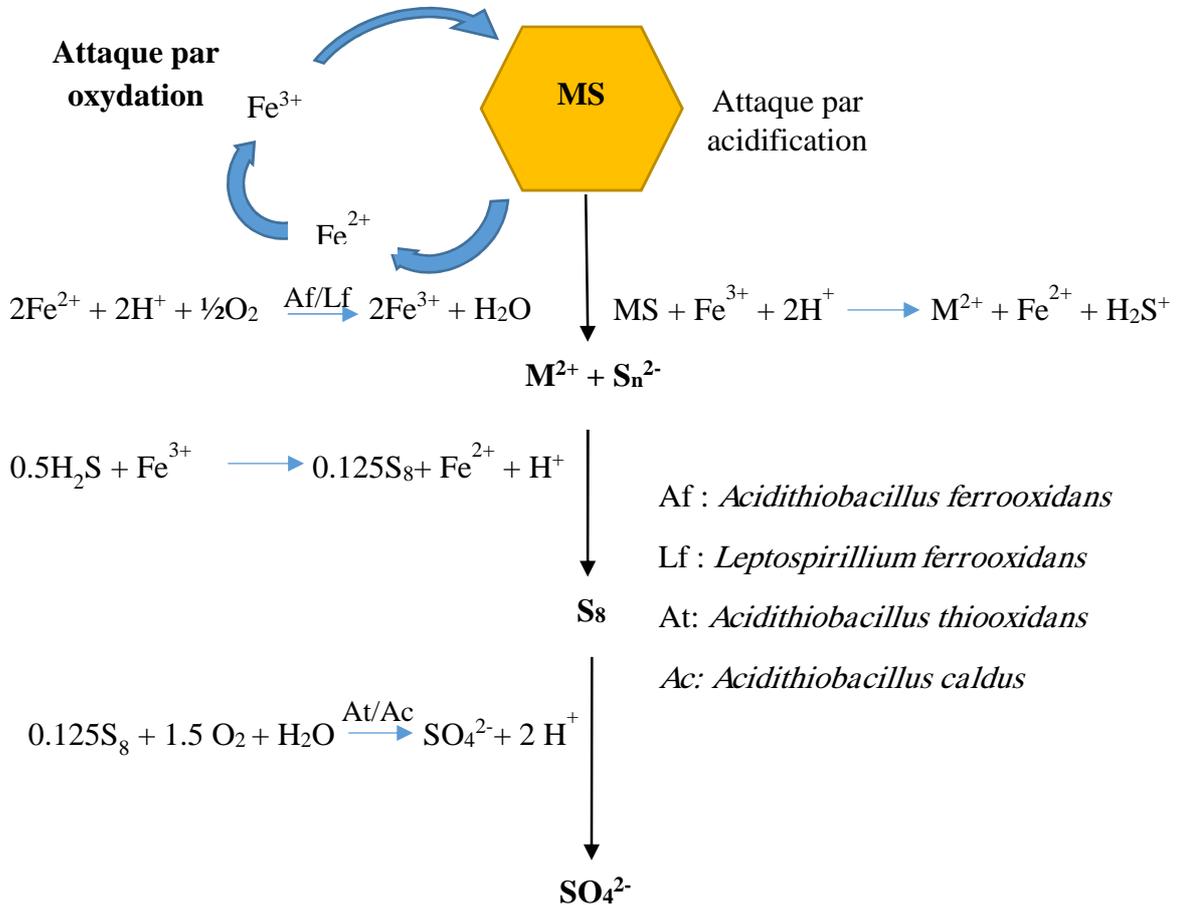
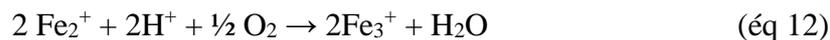
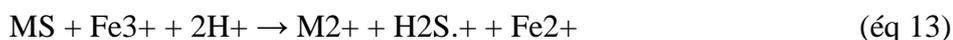


Figure 4 : Mécanismes de solubilisation des sulfures de métaux acido-solubles par attaque chimique et microbiologique (Schippers et Sand, 1999)

En milieu acide et en présence de l'oxygène, les bactéries *Acidithiobacillus ferrooxidans* et *Leptospirillum ferrooxidans* oxydent les ions ferreux en ions ferriques (Schippers et Sand, 1999) selon la réaction ci-après :



A leur tour, les ions ferriques produits réagissent avec le sulfure métallique selon la réaction ci-après :



Puis par l'intermédiaire de H₂S, le soufre élémentaire est formé, lequel est ensuite oxydé par les bactéries de type *Acidithiobacillus thiooxidans* ou *Acidithiobacillus caldus* selon la réaction ci-après :



La lixiviation du sulfure métallique se fait alors par l'acide sulfurique ainsi produit, le rôle des microorganismes se limitant ainsi à la régénération de cet acide et à la conservation du fer à l'état ferrique pour une lixiviation oxydante du sulfure.

b) La lixiviation des sulfures de métaux acido-insolubles

La lixiviation de ces sulfures se fait uniquement par voie biologique et selon un mécanisme dit de thiosulfate représenté à la figure ci-après (Schippers et Sand, 1999). Dans ce mécanisme, la solubilisation est réalisée par oxydation des sulfures de métaux par le fer ferrique produit comme précédemment par les micro-organismes. La réaction conduit à la formation de thiosulfate comme produit intermédiaire principal et à la formation d'acide sulfurique comme produit final. Ce type de mécanisme comparé à celui décrit précédemment diffère du fait que les ions H⁺ produit au cours de la réaction ne participent pas à la lixiviation du sulfure métallique comme c'est le cas pour la lixiviation des sulfures acido-solubles.

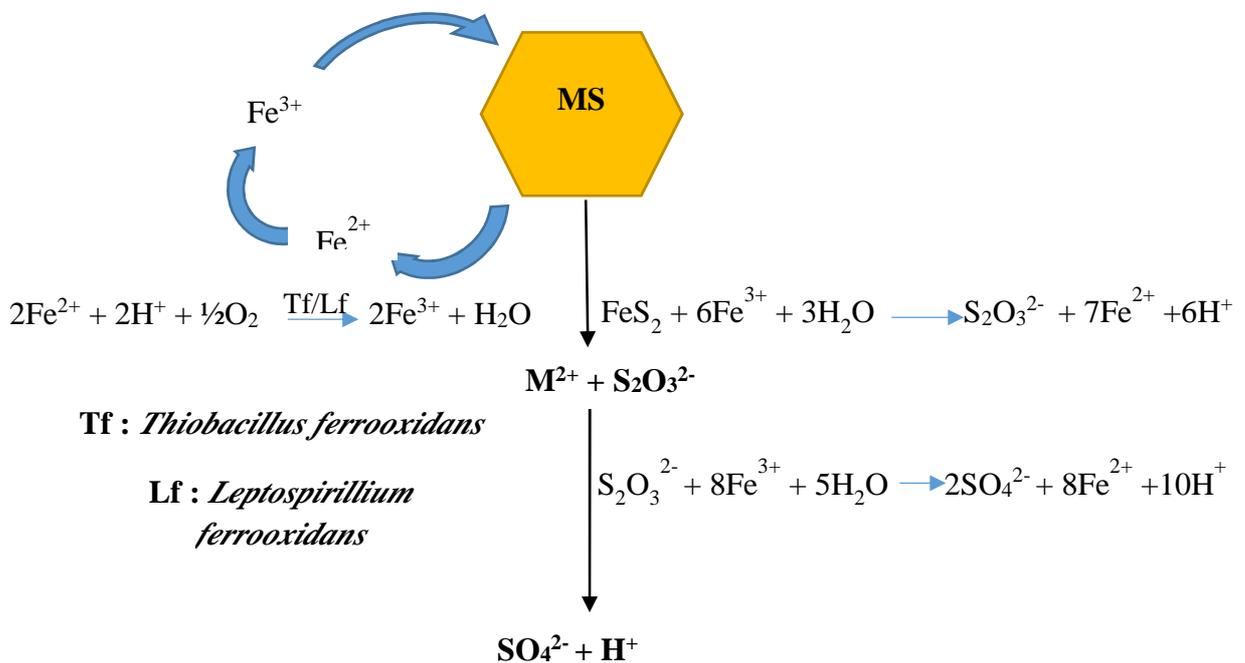


Figure 5 : Mécanismes de dissolution des sulfures de métaux acido-insolubles par attaque chimique et microbologique (Schippers et Sand, 1999)

I .2.7.3. Adhésion des bactéries aux sulfures métalliques :

Selon le mécanisme indirect de biolixiviation des sulfures métalliques décrit ci-haut, l'attaque due à l'action biologique est induite par l'interaction entre la surface du sulfure métallique et les produits métaboliques sécrétés par les bactéries. Donc, cette attaque n'est pas directement due à l'action des enzymes sécrétés par les bactéries mais elle est plutôt due aux ions ferriques, lesquels ions sont recyclés à travers la couche constituée de ces substances appelées EPS (Extracellular Polymeric Substances).

D'autre part, selon le mécanisme direct, les bactéries adhéreraient d'abord à la surface du sulfure métallique et ensuite l'oxydation a lieu par transfert d'électron des composés réduits de soufre (généralement le S^{2-}) vers l'oxygène dissout par les bactéries adhérentes. Ainsi, l'adhésion des bactéries à la surface du sulfure métallique est une étape préliminaire au processus de lixiviation directe du sulfure métallique.

Les EPS sont très fréquemment évoquées dans la littérature comme intermédiaire de contact entre les microorganismes et les surfaces des sulfures métalliques. Le recouvrement de la surface par les EPS générerait un microenvironnement favorable à l'activation de l'oxydation du fer ferreux (Figure 1.8). Par ailleurs, ils permettraient de concentrer les ions de fer ferriques par complexation avec des acides uroniques ou avec d'autres résidus, au niveau de la surface minérale.

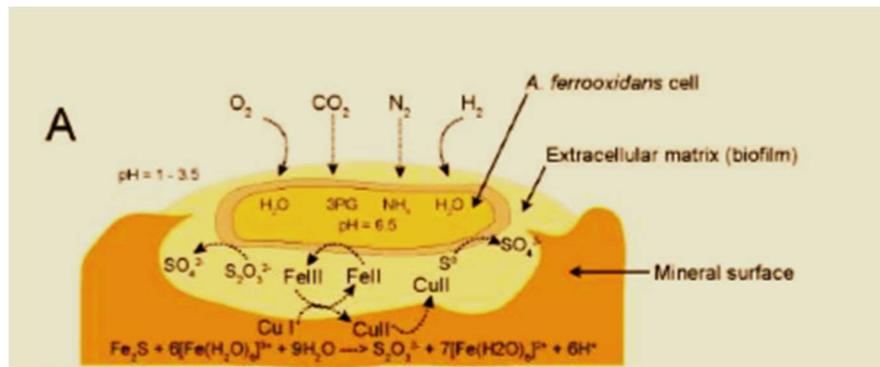


Figure 6 : Attaque biogéochimique de sulfure métallique (source : Valdès et al., 2008)

Paramètres influençant le processus de biolixiviation :

1. Effet du type de substrat

La composition minérale et la quantité du substrat à oxyder est de première importance. La surface totale disponible à l'attachement des bactéries pourra influencer le taux de lixiviation. Une diminution de la grosseur des particules de substrat entraîne une augmentation de la surface disponible sans en augmenter la masse (Bosecker, 1997; Torma, 1977).

2. Effet du pH

Il est important de noter que la majorité des espèces bactériennes ne peuvent tolérer un pH inférieur à 2,0. Toutefois, il fut démontré par Tuovinen et Kelly (1973), que *T.ferrooxidans* s'adapte aisément à des valeurs de pH de cet ordre.

3. Effet de la température

La température joue aussi un rôle primordial afin de créer des conditions optimales de lixiviation des minéraux. La grande majorité des espèces lixiviantes sont mésophiles, c'est à dire que leurs enzymes seront dénaturées à des températures excédant 45°C et leur activité sera réduite sous une valeur de 15°C (Leduc et Ferroni, 1994). Certains travaux réalisés par Torma et al. (1977) indiquent que l'optimum de température pour différentes espèces de Thiobacillus se situe entre 25 et 45°C. Toutefois, aucune valeur minimale de température ne fut établie. Il est généralement admis que le point de congélation est la limite en dessous de laquelle l'activité microbienne devient minimale (Prescott et al., 1995; Torma, 1977).

4. Effet de l'oxygène dissous

La molécule d'oxygène étant l'accepteur final des électrons enlevés aux molécules de substrats oxydés, la présence ou même l'addition d'oxygène est essentielle à la croissance des bactéries et au bon fonctionnement des réactions métaboliques de biolixiviation (Torman, 1977)

5. Métaux lourds

La biolixiviation des sulfures métalliques entraîne inévitablement une augmentation de la quantité d'ions métalliques en solution dans le milieu de culture. Comme précédemment mentionné, cette solubilisation des métaux est due à l'effet combiné de l'oxydation biologique et de l'oxydation chimique. De façon générale, les organismes lixiviantes possèdent une tolérance élevée à l'accumulation, en grande quantité, de métaux lourds (Tuovinen et al., 1971b). Par exemple, selon Bosecker et al., ces bactéries peuvent tolérer jusqu'à 50 g/l de nickel, 55 g/l de cuivre et 112 g/l de zinc.

6. Effet de la source de carbone

Il existe une concentration optimale de CO₂, pour laquelle la croissance des bactéries lixiviantes est maximale (Nagpal, 1996).

7. Effet des éléments nutritifs

La quantité de nutriments disponibles et la qualité de ceux-ci feront varier le taux de croissance des bactéries lixiviantes. Généralement, les organismes lixiviantes sont

des organismes autotrophes chimiolithotrophes (osecker, 1997; Krebs et al.,1997,1987; Norris, 1989; Smith er al., 1988; Torma, 1987).

I .2.7.4.Applications des procédés de biolixiviation à l'échelle industrielle

La biolixiviation utilise deux principales voies ou techniques d'extraction des métaux contenus dans leurs minéraux (Morin D. et al, 2006):

Biolixiviation en tas (Dump/Heap bioleaching)

L'application de cette technique de biolixiviation remonte déjà d'il y a une cinquantaine d'année. Elle consiste à fracturer des roches minérales relativement pauvres, les placer en dump puis les arroser avec des solutions acides dans les conditions favorisant la croissance des microorganismes.

Un exemple de cette technique de biolixiviation a été initié en 2006 par BHPBilliton au Chili à Escondida Mine pour une production projetée de 180 0000 à 200 000 tonnes de cathodes de cuivre (Brierley, 2008).



Figure 7 :Photographie montrant les installations de bioheap de Radio Hill en Australie (source : Pradhan et al., 2008)

Biolixiviation en cuve :

Le procédé de biolixiviation en cuve a été longtemps appliqué au traitement de minerais sulfurés contenant l'or. Il commence par un broyage fin du minerai, la concentration des sulfures porteurs du métal d'intérêt et ensuite le traitement par biolixiviation proprement dit, dans une série de cuves, du concentré sulfuré mis en pulpe dans une solution aqueuse. Chacune des cuves est agitée par un système mécanique et oxygénée par injection d'air.

Cependant, cette technologie n'a pas été beaucoup appliquée au traitement des minerais contenant les métaux de base compte tenu des coûts opératoires surtout en ce qui concerne les frais liés à l'agitation de la pulpe dans les cuves de biolixiviation. Ce n'est que récemment que la technique de biolixiviation en cuves a été appliquée au traitement d'un rejet pyriteux contenant du cobalt à Kasese en Ouganda par BRGM (Bureau de Recherches Géologiques et Minières).



Figure 8 : Photographie montrant les installations de l'usine de Kasese en Ouganda (source Morin D.et al, 2006)

Chapitre II :
Description du site à l'étude

II.1. Localisation géographique:

La mine d'Amesmessa est située au Hoggar, à environ 400 km au sud – ouest de Tamanrasset, à 60 km au sud de la mine de Tirek, l'accès au gisement se fait par route goudronnée sur 100 km, puis par piste sur 380 km.



Figure 9 : Localisation géographique du gisement aurifère d'Amesmessa

II.2. Aperçu géologique régional:

La région des gisements aurifères Tirek et Amesmessa est située dans la partie sud-ouest du bouclier Touareg dans le **Hoggar** (Ahaggar). Ce massif affleure au sud de l'Algérie et au nord du Mali et du Niger. C'est une région désertique à climat chaud et sec durant l'été et plus clément durant l'hiver. La pluviométrie, très faible, dépasse rarement 10 mm par an. Le relief est composé essentiellement de plateaux immenses d'altitude 600 à 700 m et de chaînons montagneux. Le mont le plus élevé est le Tahat qui culmine à 3003m.

Géologiquement, le Hoggar est composé par un socle précambrien recouvert en discordance par les formations du Tassili (formations de plate-forme à couches horizontales représentées par des conglomérats, grès, etc.). D'ouest en est, on distingue trois grands domaines limités

par des zones de fractures subméridiennes et nettement différenciés des points de vue litho stratigraphique et évolution tectonique :

- Le Hoggar occidental
- Le Hoggar central
- Le Hoggar oriental

Les deux gisements se situent dans le Hoggar occidental. Cette région est formée de terrains précambriens recouverts en discordance par des formations du Protérozoïque. On y distingue deux domaines structuraux séparés par une faille majeure de direction subméridienne :

1. A l'Ouest se trouve le bloc d'In-Ouzzal constitué de roches de l'Archéen représentées par des granulites, des gneiss, des schistes et des marbres recoupés par des granites d'âge Panafricain.
2. A l'Est se disposent les roches du Protérozoïque inférieur à moyen représentées par des gneiss et des quartzites recoupés par des gabbros, des diorites et des grano-diorites.

La faille majeure (ou shear zone) limitant ces deux blocs est représentée par une zone de mylonites injectée de petits massifs de gabbros, large de 2 à 3 km et s'étendant sur 200 km. Tout le long de cette zone de mylonites, la minéralisation aurifère se localise principalement dans les filons de quartz.

Les travaux d'exploration menés par la recherche minière depuis 1971 dans la région d'In Ouzzal ont permis la découverte de deux gisements d'or : Tirek et Amesmessa, ainsi que plusieurs autres indices aurifères dans la zone Intermédiaire Tirek-Amesmessa (ZITA), ayant une importance économique : In-Allarène, Dereg, Timeg etc..

Par ses réserves géologiques et exploitables, le gisement d'Amesmessa est classé le plus grand dans toute la région du Hoggar, plutôt en Algérie.

II .3.Aperçu géologique du gisement Amesmessa :

Le gisement d'Amesmessa est localisé dans la zone de cisaillement (shear zone) séparant les deux unités majeures de la région. Il est encaissé dans le couloir des mylonites à ultra mylonites qui forment une bande large de 2 à 3 km. Ces mylonites contrôlent la mise en place de petits massifs de gabbros.

Au niveau du gisement d'Amesmessa, 50 zones filoniennes ont été mises en évidence dont 36 ont fait l'objet de travaux d'exploration détaillées.

Le gisement est subdivisé en trois parties : Nord, Centrale et Sud.

La partie Centrale est la plus intéressante et la mieux étudiée. Elle contient environ 75% des réserves connus. Ses zones filoniennes particulièrement 8, 9 et 7 constituent à l'heure actuelle les principales carrières de l'exploitation minière.

Les corps minéralisés exploitables sont constitués par des filons de quartz, séries de filons de quartz disposés en échelon et par des zones de roches d'altération hydrothermale (métasomatites, ou « bérésites » dans la terminologie russe) avec minces veinules de quartz.

Les structures géologiques ont une direction subméridienne et un pendage sub-vertical de 60° à 85° vers l'ouest.

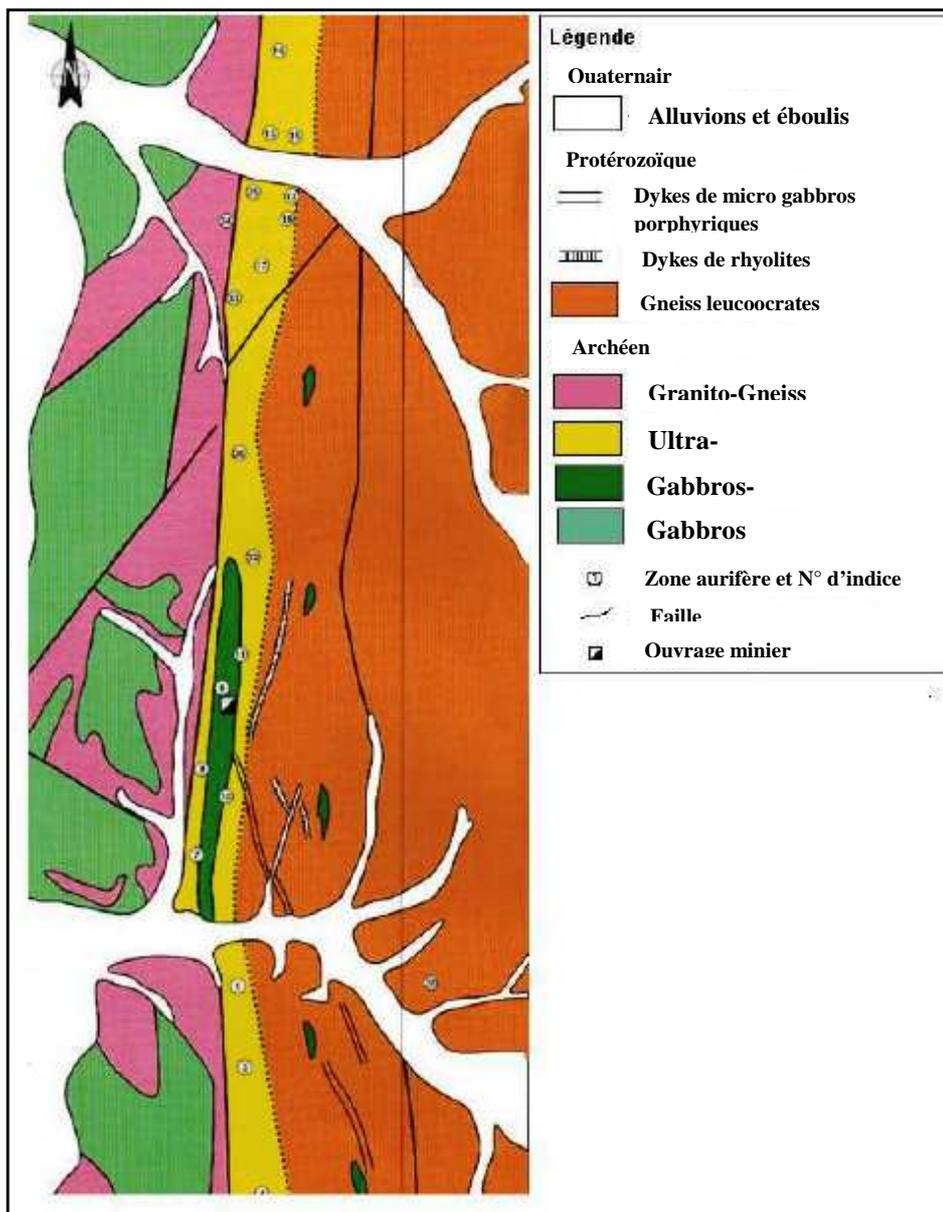


Figure 10 : Carte géologique du gisement d'Amesmessa

La longueur
discontinue des filons et des zones filoniennes atteint les quelques centaines de mètres.

L'épaisseur des filons varie de 0.2-0.5m à 1m, alors que la puissance des zones d'altération atteint par endroit les 10-20 mètres. La répartition de l'or est extrêmement irrégulière. Les teneurs dans les filons de quartz varient en moyenne de 10-20g/t. Dans les zones d'altération hydrothermale sont inférieures, généralement entre 2 et 10g/t.

II .4. Estimation des ressources :

Les ressources estimées par l'ORGM (1993) des blocs géologiques en utilisant la méthode des polygones sont classés en catégories géologiques C1 et C2 selon la classification russe.

Tableau 03 : ressources totales du gisement (ORGM, 01 Octobre 1993)

Catégories géologiques	Tonnage Minerai en T	Teneur (g/t)	Onces
Probables (C1)	1 392 900	18.6	832 959
Possibles (C2)	1 025 700	17.1	563 907
Total	2 418 600	18.0	1 399 675

Tableau 04 : ressources des filons 9 et 8 (ORGM, 01 Octobre 1993)

Filon	C1			C2			C1+C2		
	Mille tonne	Au g/t	Mille onces	Mille tonne	Au g/t	Mille onces	Mille tonne	Au g/t	Mille onces
8	191.8	11	72.8	78.8	8	20.3	270.6	10.7	93.0
9	718	20.8	480.2	501.6	18.9	304.8	1219.6	20.0	784.9
Total	909.8	18.9	552.9	580.4	17.4	1490.2	1490.2	18.3	878.0

L'ENOR a fait par l'intermédiaire du **RSG GLOBAL** une étude de faisabilité pour l'exploitation des filons 9 et 8 du gisement d'Amesmesssa. **RSG GLOBAL** a fait une modélisation géologique et une estimation des ressources sur la base des méthodes géostatistiques du moment.

Tableau 05 : ressources des filons 9 et 8 (RSG GLOBAL, 30 Juin 2005)

Filon	Certaines (Measured)			Probables (Indicated)			Possibles (Inferred)			Total		
	Mille tonne	Au g/t	Mille onces	Mill e tonne	Au g/t	Mill e onces	Mille tonne	A u g/t	Mille onces	Mille tonne	Au g/t	Mille onces
8				237	6.9	52	238	3.5	27	475	5.2	79
9	100	19.1	62	706	12.8	291	572	9.9	182	1379	12.1	534
Total	100	19.1	62	943	11.3	343	810	8.0	209	1854	10.3	614

II .5. Nature de la minéralisation :

Le champ filonien d'Amesmesa est représenté par une série de zones filoniennes de direction subméridienne se relayant sur une longueur de 13 km. Ces zones filoniennes sont situées dans la partie occidentale de la bande mylonitique Est-Ouzzalienne large d'une quarantaine de mètre. (ORGM, 1995).

Ces minéralisations correspondent d'après la nomenclature classique au type génétique 'shear-zones aurifères'. C'est donc un gisement méso-thermal de type profond.

L'association minéralogique simple est faiblement représentée (1 à 5 %). Elle s'établit comme suit :

Gangue : quartz-carbonates (Ferro-dolomite) et séricite.

Minéraux métallifères : Or, Pyrite (le plus abondant), galène, sphalérite peu abondante et rarement chalcopirite. Le bismuth natif est également rarement observable. (ORGM, 1995).

L'or est présent à Amesmesa sous forme d'or natif, visible à l'œil et au microscope. Il est pour l'essentiel, disséminé dans le quartz, où il se comporte un peu comme les sulfures, formant des traînées inter granulaires de grains discontinus de quelques dizaines de millimètres.

La composition chimique de l'or constante est caractérisée par la présence de Bismuth et de fortes teneurs en Ag dont les proportions sont plus ou moins fixes. La finesse de l'or qui s'exprime par le rapport Au/Au^+ , Ag est de l'ordre de 0,736. (ORGM, 1995)

L'or se présente généralement en grains fins (0,005 à 0,5mm), sous forme de fine dissémination ; il s'associe le plus souvent à la glène en cicatrisant les interstices et les

fissures affectant le quartz en s'entourant d'un liseré de quartz limpide. L'or peut également colmater des micro-fractures qui affectent la pyrite. Sa proportion est positivement corrélable à celle de la galène. Ces deux minéraux ont cristallisé lors de la phase hydrothermale tardive.

II.6. Méthode d'exploitation :

Le gisement d'Amesmassa, est composé de plusieurs filons aurifères de longueurs de 200m à 1500m. Ces filons apparaissent à la surface, ils sont caractérisés par une direction majeure N-S et un pendage dressant (en moyenne 65°).

L'exploitation minière dans la mine d'Amesmassa est une exploitation à ciel ouvert par tranchées, elle se fait de haut en bas avec des gradins de 15m, avec la présence obligatoire d'une berme de sécurité de 5m. La plateforme de travail a une largeur de 12m. L'abattage de la roche s'effectue par des travaux de forage et de tir vu la dureté de la roche. La figure suivante illustre quelques caractéristiques de la mine :



Figure 11 : Cuve d'exploitation filon 8

A : Gradin

B : Berme de sécurité

C : Plateforme de travail

II.7. Traitement du minerai :

Le minerai provenant de la mine aura droit à une préparation mécanique à travers 3 étages de concassage (primaire, secondaire et tertiaire), après cette étape le minerai concassé riche (teneur en Or > 8g/t) et pauvre sont stockés séparément, il est important à signaler que les teneurs des blocs à exploiter ont été évaluées lors de la phase de l'exploration et c'est au service géologique de réévaluer les teneurs au fur et à mesure de l'exploitation.

Le traitement du minerai riche diffère de celui du minerai pauvre : le minerai riche passe par une étape de broyage à travers 2 broyeurs à voie humide, le produit broyé passe aux cuves de lixiviation, et se transforme par la suite en charbon chargé où l'or est adsorbé par ce dernier.

La séparation du charbon chargé de l'or nécessite une étape d'élution caractérisée par un lavage du charbon chargé par une solution d'acide hydrochlorique qui sera par la suite mélangée à une solution chauffée à 140°C dans la cuve d'élution, par la suite un refroidissement de la solution résultante est nécessaire avant de passer à l'étape d'électrolyse. Le charbon désorbé est régénéré grâce à un four afin d'être utilisé de nouveau.

La solution aurifère issue de l'élution passe dans une cellule d'électrolyse où l'Or s'attache aux cathodes chargées négativement, la fusion dans le four est la dernière étape de traitement après lavage des cathodes. Un lingot d'or constitue le produit final du traitement.(fig)

Le minerai pauvre quant à lui, subit un traitement similaire au minerai riche dans l'étape de préparation mécanique, il est ensuite stocké dans un espace caractérisé par un substrat étanche les tas de minerai pauvres sont arrosés par des solutions cyanurées.

La solution résultante récoltée en bas du tas est envoyée aux colonnes de charbon où elle subit les mêmes étapes d'adsorption, d'élution, d'électrolyse et de fusion que le minerai riche. Le schéma suivant (figure 13) résume les différentes étapes de traitement pour les 2 types de minerai.

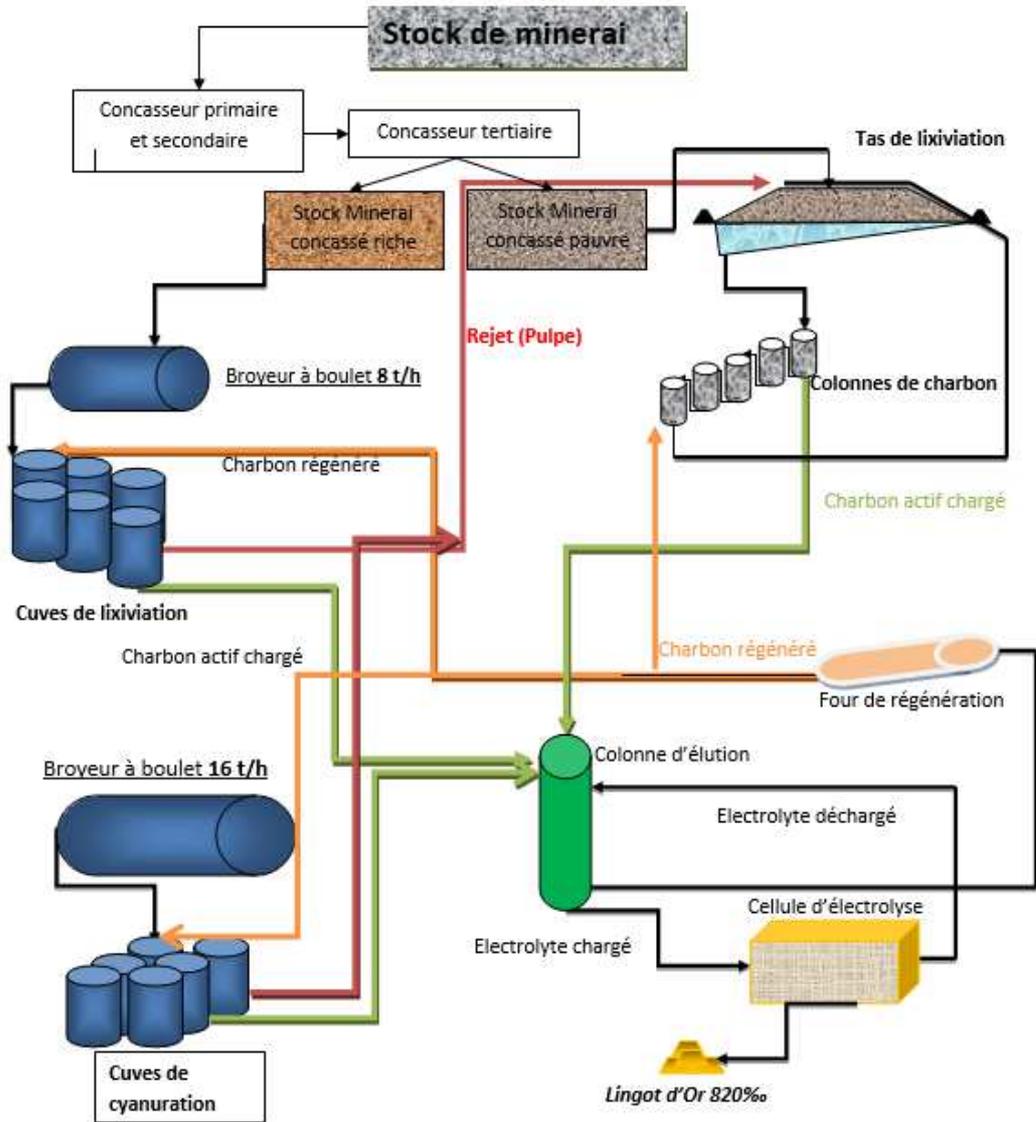


Figure 12 : Schéma explicatif du procédé de traitement du minerai à l'usine d'Amesmessia
 Traitement mécanique et chimique



Figure 13 : illustration d'un lingot d'or

Chapitre III:
Méthodologie et protocole analytique

Introduction

Afin d'atteindre les objectifs visés du point de vue minéralogique, biologique et chimique, nous avons fait appel à des méthodes d'analyses relativement courantes. La nature pleuridisciplinaire de la lixiviation de minerais par voie bactérienne requiert une collaboration de différentes spécialités comme la microbiologie .

Dans ce chapitre, nous avons décrit le matériel et les méthodes utilisés .

III.1.Prélèvement et échantillonnage :

L'échantillonnage est une étape nécessaire dans les études géologique et/ou minière. Il permet de réduire la fraction d'un lot ainsi que la procédure de prélèvement de manière à assurer la représentativité. Afin de visiter l'usine de traitement au niveau de la mine d'Amesmessah et connaître leur état, une campagne d'échantillonnage a été effectuée du 19/03/2019 au 22/03/2019 durant laquelle il a été effectué un échantillonnage qui servira par la suite pour les essais de lixiviation bactérienne.

Les échantillons prélevés proviennent directement du site d'exploitation. Les critères de sélection choisis sont la richesse de la roche en or (roche riche, roche pauvre) et le degré d'oxydation de la roche (roche oxydée, roche saine). En somme, quatre échantillons ont été prélevés de deux filons.

Le tableau ci-après démontre les détails de chaque échantillon.

Tableau 6 : Coordonnées des échantillons prélevés

Echantillon	Filon	Description	Coordonnées GPS
1	16	Pauvre oxydé	21.11832°N
2		Riche oxydé	2.49462°E
3	8	Pauvre non-oxydé	21.05830°N
4		Riche non-oxydé	2.49055°E



Figure 14 : Echantillon 1



Figure 15 : Echantillon 2



Figure 16 : Echantillon 3



Figure 17 : Echantillon 4

Description des échantillons :

- Echantillon 1 : Quartz blanc rosâtre avec oxyde et hydroxyde de fer caverneux on note la présence de la galène, pyrite, chalcopryrite et l'or visible.
- Echantillon 2 : Métasamatite avec veinule de quartz oxydé (hématite) et hydroxyde de fer (limonite).
- Echantillon 3 : Quartz blanc grisonné riche en galène, pyrite, chalcopryrite (sulfures).
- Echantillon 4 : Métasamatite gris verdâtre avec veinules de quartz avec présence de pyrite.

III.2. Préparation mécanique des échantillons :

La préparation mécanique des échantillons a pour but de réduire la taille des grains rocheux en poudre afin de pouvoir les utiliser lors des manipulations et des analyses de biolixiviation. Les opérations de préparation mécanique des échantillons ont été réalisées dans le laboratoire de minéralurgie du département Génie minier et elles se résument en deux étapes :

1. Le concassage : Une étape de réduction de taille primaire, la taille de grains finale est d'ordre millimétrique réalisé à l'aide d'un concasseur à mâchoire. Durant cette étape, chaque échantillon a été concassé seul afin de permettre de les caractériser à part plus tard.



Figure 18 : Concasseur à mâchoire

2. Le broyage : Une étape secondaire de réduction de taille plus poussée qui utilise le produit de concassage et en réduit le diamètre des grains à une taille inférieure à 100 microns l'aide d'un broyeur rotatif à boulets.

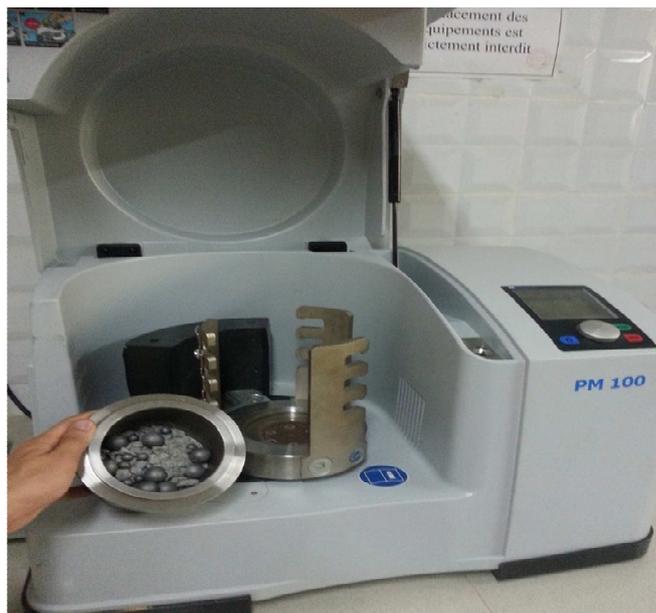


Figure 19 : Broyage des échantillons

Dans le but d'atteindre la dimension désirée, le broyage a été réalisé à l'aide d'un broyeur planétaire du laboratoire de minéralurgie de l'École Nationale Polytechnique. Ce dernier permet d'avoir des granulométries allant jusqu'à moins de 40 μm .

Durant toutes les étapes de ce travail, la maille de libération ciblée est la classe granulométrique inférieure à 100 μm . Afin d'atteindre cette dimension des particules, nous avons utilisé certains paramètres de broyage à savoir :

Masse à broyer : 250g

Charge abrasive : 750g

Soit un rapport de 1/3 entre la masse broyée et la masse broyante.

- Une vitesse de rotation de 200 tours/mn.

- Une durée de broyage de 30 mn.

Il est à noter que durant cette étape, chaque échantillon a été broyé seul afin de permettre de les caractériser à part plus tard.

Afin de minimiser les risques d'erreur sur la composition des échantillons liés à leur hétérogénéité et pour obtenir la masse nécessaire pour les analyses et tests, un échantillonnage intermédiaire s'est effectué à l'aide d'un diviseur d'échantillons à cône rotatif qui permet de partager le broyat en quantités équivalentes et homogènes de point de vue granulométrique.



Figure 20 : Echantillonnage à l'aide du diviseur à cône rotatif

III.3. Caractérisation physique

Cette étape a pour objet la détermination des paramètres physique, entre autres : le poids volumique apparent et le poids volumiques des particules solides caractérisant notre minerai, et cela en effectuant les essais suivants :

Détermination du poids volumique apparent

La masse volumique apparente dépend de la porosité du matériau.

Le volume apparent de nos échantillons est déterminé en mesurant le volume du liquide que déplacera l'immersion totale de ce matériau préalablement paraffiné.

Les échantillons sont généralement partiellement poreux, ils seront donc préalablement paraffinés pour les empêcher d'absorber le liquide lors de leur immersion.



Figure 21 : Détermination de la masse volumique par la méthode de la poutre graduée

Détermination du poids volumique des particules solides :

La détermination de la masse volumique absolue est liée à la détermination du volume de la phase solide (sans les vides) occupée par une masse sèche M du matériau. Le volume absolu est lié à la mise en communication des pores intragranulaires avec l'extérieur. Il s'agit donc de réduire le matériau en une poudre très fine, donc chaque grain est compact, sans aucun vide, et l'on mesure ainsi le volume du liquide déplacé par une masse M de cette poudre.

Le pycnomètre qu'on utilise dans notre manipulation est un pycnomètre à verre s'assemblant précisément par un joint en verre rodé, celui-ci est constitué de deux parties :

- Une fiole
- un bouchon percé par un tube capillaire contenant un petit entonnoir

Lorsque l'on ajuste le bouchon sur la fiole, le trop-plein de liquide s'échappe par l'extrémité supérieure du tube et, dans la mesure où ce tube est très fin, le volume de liquide est déterminé avec une grande précision.

Pour procéder à la manipulation, on réalise les trois pesées suivantes :

- pycnomètre vide avec son bouchon M_1
- pycnomètre rempli d'échantillon réduit en poudre M_2
- pycnomètre rempli d'eau et d'échantillon M_3

Expression des résultats :

Masse de la poudre $M = M_2 - M_1$

Volume de l'eau ajouté $V = M_3 - M_2$ ($\rho_{\text{eau}} = 1 \text{ g/cm}^3$)

Volume de la poudre $V_1 = 100 - V$ d'où $\rho_{\text{réelle}} = \rho_1 = M/V_1$

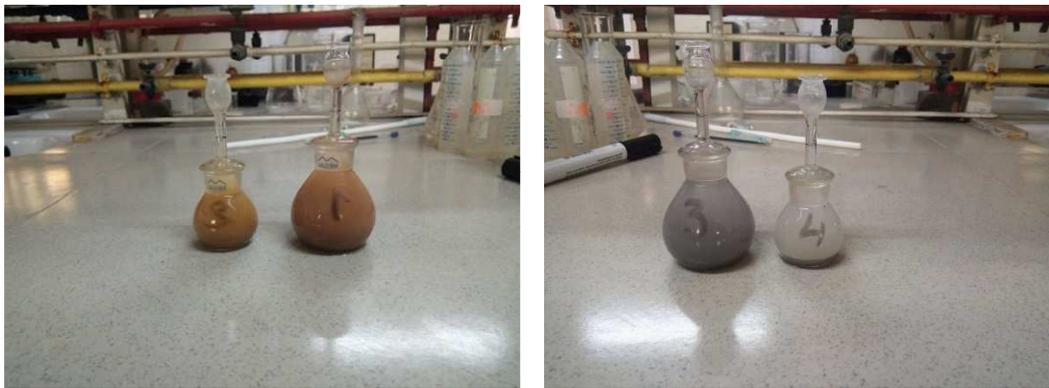


Figure 22 : Détermination de la masse volumique des grains solides

III.4. Caractérisation chimique :

Dans le but de mieux comprendre et pouvoir interpréter les résultats obtenus et le comportement des bactéries en contact avec le matériau lors de la lixiviation bactérienne, une connaissance des caractéristiques chimiques s'avère nécessaire, pour cela nous avons opté pour la fluorescence X.

III.4.1. La fluorescence X :

La fluorescence X est une technique d'analyse chimique qui consiste à bombarder la matière avec des rayons X et intercepter le rayonnement réémis par cette dernière.

Le spectre du rayonnement réémis par la matière renseigne sur la composition élémentaire en éléments chimiques et leurs concentrations massiques.

Principe de la fluorescence X :

Comme conséquence de la différence de configuration électronique entre les atomes, chacun de ces derniers émet des photons d'énergie et longueur d'onde propres à lui.

Ainsi, les caractéristiques des atomes qui constituent la matière seront identifiées.

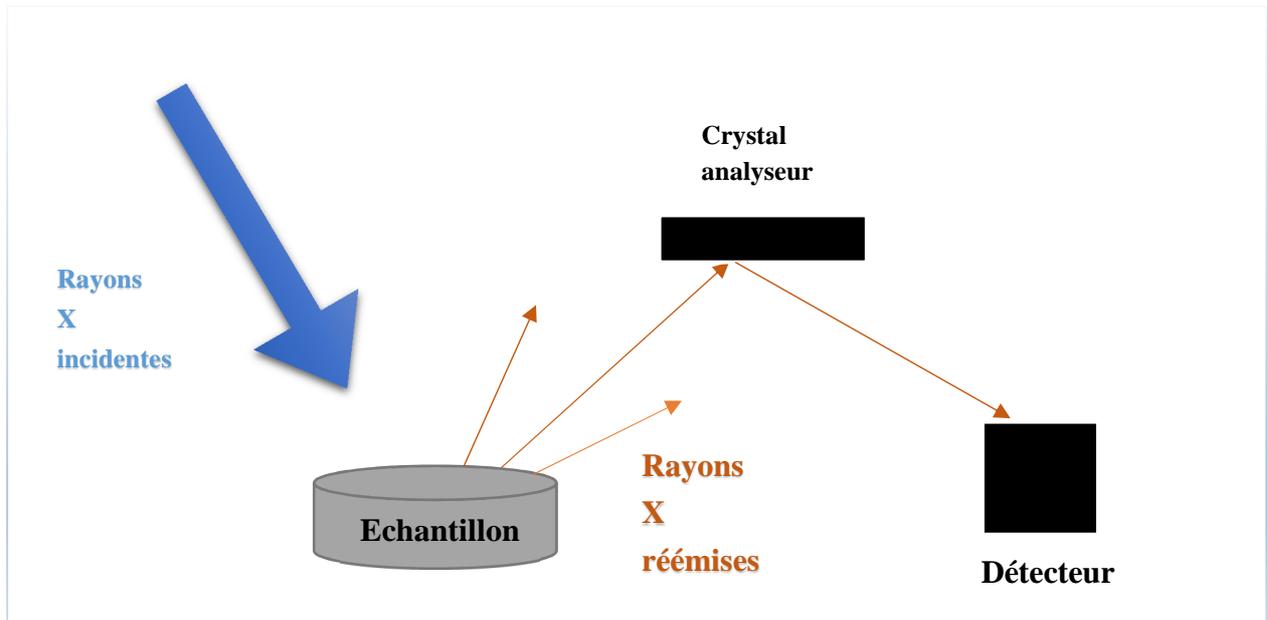
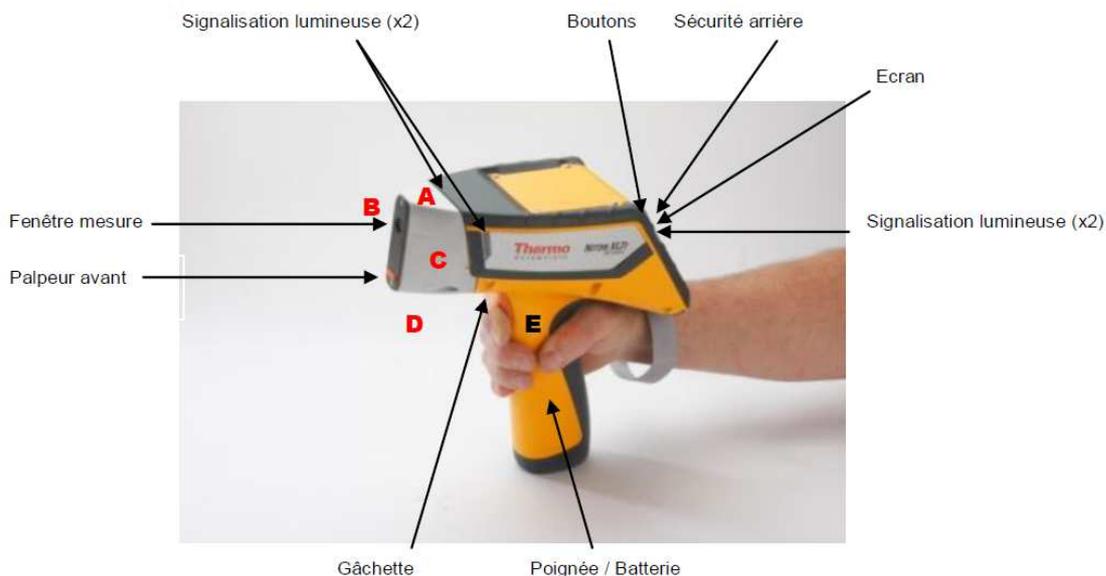


Figure 23 : Principe de la fluorescence X

Les analyses XRF sont réalisées à l'aide de l'appareil Niton XL2 du laboratoire de l'AGENOR (Agence Nationale pour la transformation et la distribution de l'Or et des autres métaux précieux) pour déterminer la composition élémentaire des échantillons. La concentration en or a été mesurée au niveau du laboratoire de CRNA (Centre de Recherche Nucléaire d'Alger) à l'aide d'un spectromètre TALX.



A, B, C, D, E : Emplacement des mesures de débit de dose équivalente dessus, côté droit, côté gauche, dessous et doigts opérateur (gâchette).

Figure 24 : L'analyseur Niton XL2

Caractérisation minéralogique :

L'identification des minéraux du gisement d'Amesmesssa a été faite par différentes méthodes sur des échantillons bruts. Cette partie minéralogique porte sur :

- **III.4.2. Microscopie optique**

Nous avons analysé le matériel au microscope pétrographique, en lumière transmise, pour définir la minéralogie et mettre en évidence les structures rocheuses et les textures minérales. L'analyse a été entreprise au CRTSE (Centre de Recherche En Technologie des Semi-Conducteurs Pour l'Energétique), sous l'aimable collaboration de Professeur Kheloufi A. Le microscope utilisé est de marque Olympus BH2-UMA muni d'une caméra de type AxioCam MRc.

- **III.4.3. Spectroscopie Infrarouge FTIR**

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ou FTIR est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet l'analyse en phase solide, liquide ou gazeuse.

Lorsque la longueur d'onde apportée par un faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et l'intensité de lumière réfléchié ou transmise diminuera.

Le domaine infrarouge entre 4000 cm^{-1} et 600 cm^{-1} correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules.

Deux types de vibration :

-Vibration d'élongation correspondant à l'étirement d'une liaison A-B.

-Vibration de déformation (ou flexion) correspondant à la variation d'un angle de valence.

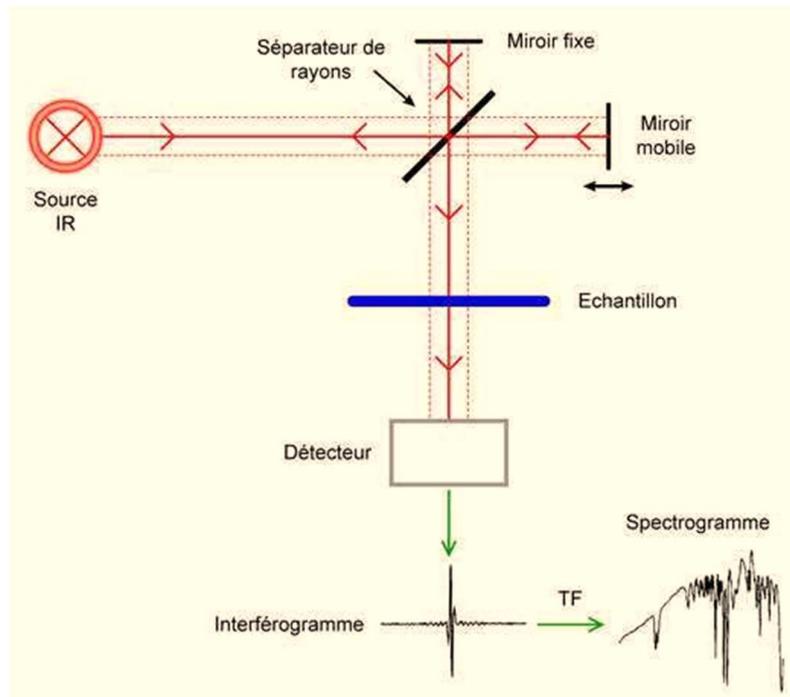


Figure 25 :Schéma de principe de fonctionnement d'un FTIR

Les analyses IR ont été réalisées sur un spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) de type BUCK M530 du laboratoire de recherche en Génie Minier de l'Ecole Nationale Polytechnique.

Avant analyse, l'échantillon a été mélangé de façon homogène à du bromure de potassium KBr (sel purifié transparent en Infra-Rouge) afin de supprimer les effets de diffusion des gros cristaux. Environ 50 mg de poudre d'échantillon a été mélangé à 100 mg de KBr. On a ensuite placé 100 mg de produit dans un mortier et un pilon d'agate, dans lequel on y ajoute plusieurs gouttes de NUJOL (huile minérale légère). Le produit doit être mélangé pendant une minute ou deux. L'échantillon obtenu est déposé sur une plaque de sel propre et étalé avec une deuxième plaque de sel afin d'obtenir une couche fine de l'échantillon.



Figure 26 : Spectroscopie infrarouge BUCK 530 du laboratoire du Génie minier

III.5. Etude de la lixiviation bactérienne du minerai

III.5.1 Matériels de microbiologie utilisés :

1. Un incubateur
2. Verrerie (fioles, erlenmeyers, béchers, éprouvettes graduées)
3. Agitateurs magnétiques
4. Autoclave
5. Centrifugeuse
6. Pompe à vide
7. Filtres seringue et papier filtre
8. Seringues et tubes coniques
9. Agitateur dans un incubateur
10. pH mètre
11. Une paille



Figure 27 : Autoclave



Figure 28 : Incubateur



Figure 19 : Paillasse de travail

III.5.2. Isolement des bactéries acidophiles ferro-oxydantes

III.5.2.1. Echantillonnage :

Les échantillons prévus pour l'isolement des bactéries impliquées dans la biolixiviation ont été placés dans des sachets stériles et maintenus à une température de 4°C jusqu'à exploration. Les isolats proviennent de 4 échantillons de la mine aurifère d'Amesmassa, à savoir deux échantillons d'une roche saine (pauvre et riche) et deux autres d'une roche oxydée (pauvre et riche).

Dans le but d'isoler une biomasse très importante de bactéries acidophiles chimiolithotrophes autotrophes, nous avons employé une procédure qui a permis :

- D'abord, de favoriser la croissance de la microflore aérobie hétérotrophe totale. Les milieux conçus pour ce but sont tous les milieux qui répondent à la croissance des germes non exigeants dont le bouillon nutritif.

Le Tableau 2 représente la composition du bouillon nutritif

Tableau 7 : Composition du bouillon nutritif

Composants	Peptones	Chlorures de sodium	Extrait de viande de bœuf	Extrait de levure
g/l d'eau distillée	5	5	1.5	1.5

- Puis évaluer la capacité, s'il en était, de ces microorganismes indigènes pour l'utilisation de substrats minéraux, cette capacité concerne uniquement les bactéries qui se développeront sur un milieu minéral comme le milieu 9K.

Nous avons donc utilisé deux méthodes d'isolement :

a) Avec enrichissement

Cette méthode permet le développement de la microflore mésophile hétérotrophe aérobie totale. Pour cela, nous avons utilisé un milieu de culture standard : Le bouillon nutritif dont la composition est la suivante :

Ainsi 16 g, soit 4g de chaque échantillon, sont suspendus dans 100ml de bouillon nutritif, puis laissés incuber pendant 48h à 30°C sous agitation.

Les bactéries ayant poussé dans ce milieu sont récupérées dans le culot après centrifugation des cultures à 4000t/min pendant 30min. C'est le culot 1.

Le culot 1 est lavé trois fois avec de l'eau physiologique stérile (diluant isotonique) pour éliminer toutes traces du bouillon nutritif, puis centrifugé une dernière fois pour éliminer le surnageant (l'eau physiologique).

b) Sans enrichissement

L'isolement des microorganismes acidophiles a été réalisé après ensemencement d'un milieu de culture 9K avec 16g d'échantillon composite de minerais.

Les bactéries contenues dans ces minerais, sont directement cultivées dans le milieu sélectif pour les germes acidophiles ferro-oxydants et thio-oxydants Thiobacillus ferrooxidans et Thiobacillus thiooxidans, chimiolithotrophes autotrophes qui se développent préférentiellement dans les conditions spécifiques de ce milieu. La composition du milieu 9K est :

Tableau 8 : Composition chimique du milieu 9K (Silverman et Lundgren, 1959)

	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	KH_2PO_4	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	KCl	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	pH
g/l	3	0.5	0.5	0.1	0.01	44.2	1.8

La préparation du milieu 9K a été réalisée selon le protocole suivant :

- Dans un Erlenmeyer d'1 litre de volume, remplir 500 ml d'eau distillée.
- Rajouter tous les composants dans l'erlenmeyer sauf les sulfates de fer.
- Autoclaver le mélange à 121°C pendant 15 min et laisser refroidir.
- Dans un autre Erlenmeyer rempli de 500 ml d'eau distillée, dissoudre la quantité de sulfates de fer citée dans le tableau ci-dessus.
- Mélanger les deux solutions présentes dans les 2 Erlenmeyer.
- Ajuster le pH de la solution résultante avec l'acide sulfurique 10 fois normal.

Ce milieu en fin de préparation prend une couleur verte très claire due à la présence du fer (Fig 9).

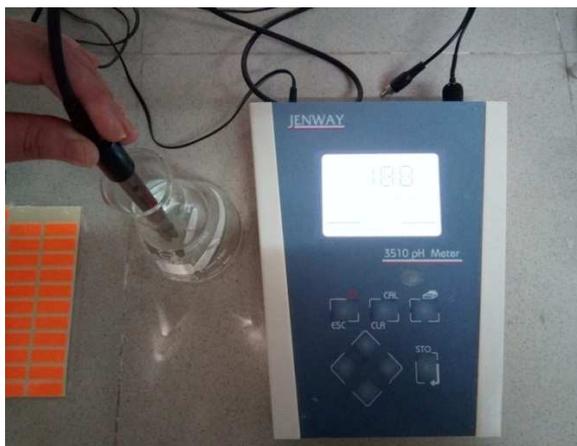


Figure 20 : Préparation du Milieu 9K

16g (4g de chaque échantillon) sont suspendus dans 100ml de milieu 9K, puis laissés incuber pendant 20 jours à 30°C sous agitation (100rpm).

Quand les bactéries atteignent la phase exponentielle de croissance, traduite par le virage de la couleur du milieu 9K du vert clair au rouge rouille, la culture est centrifugée pendant 30min à 4000t/min. On obtient par cela le culot 2.

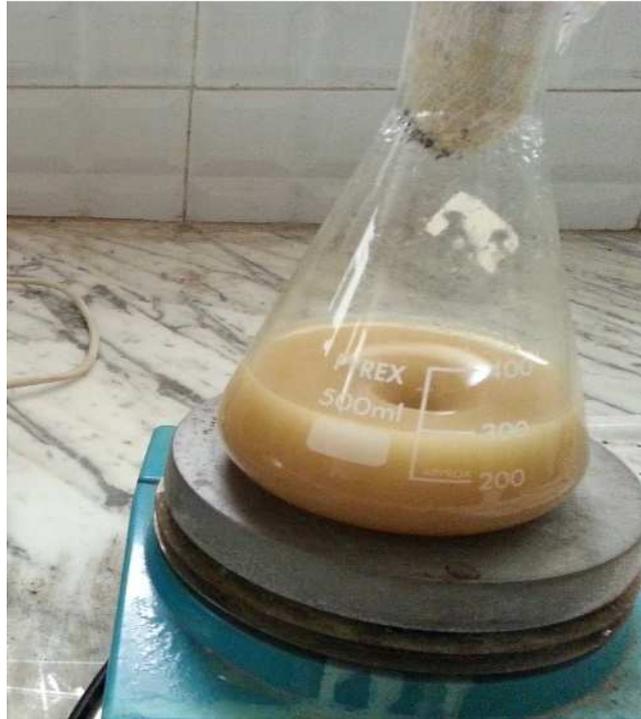


Figure 31 : Agitation des échantillons dans le milieu 9K



Figure 32 : incubation des deux milieux avec les échantillons composites des minerais :A droite, milieu 9K à gauche, bouillon nutritif



Figure 33 :Centrifugation des culots

III.5.2.2.Préparation de l'inoculum :

L'inoculum utilisé dans cette étude a été préparé en mélangeant des deux culots (culot 1 et culot 2) afin d'obtenir une biomasse importante.

Les bactéries du mélange sont resuspendues dans le milieu 9K. Ce mélange correspond à une mixture de bactéries dont les exigences de croissance sont assurées par la composition du milieu 9K et les conditions de culture utilisées.

Dans le but d'éliminer les grains d'échantillons qui se sont sédimentés dans les deux culots, nous avons réalisé une filtration sous vide à l'aide d'une pompe à vide .



Figure 34 : Filtration avec la pompe à vide

III.5.2.3.Essais de lixiviation bactérienne :

Pour cette partie du travail, nous avons prévu deux lots d'échantillons :

Premier lot : destiné à l'étude statique de la lixiviation bactérienne

Quatre flacons d'une contenance de 250ml sont inoculés au 1/10 avec l'inoculum précédemment préparé (10ml d'inoculum dans 90ml de milieu 9K) .Chaque flacon contenant 4% de pulpe d'un échantillon. Le dispositif est ensuite placé dans un incubateur à 30°C sans agitation (Figure 35).



Figure 33 : Incubation des échantillons statiques

Deuxième lot : destiné à l'étude dynamique de la lixiviation bactérienne

Le même protocole que celui pour l'étude statique est utilisé, sauf que les flacons sont soumis à une agitation giratoire de 130rpm à une température de 30°C(Fig.)



Figure 36 : Echantillons dynamiques

III.5.3.Suivi du réacteur de la lixiviation bactérienne :

III.5.3.1.Mesure du pH :

La lixiviation bactérienne génère l'acide sulfurique comme produit final, ainsi le degré d'acidité du milieu est modifié par les ions d'hydrogène.

Afin de suivre l'activité dans chaque flacon, la mesure de degré d'acidité est nécessaire. Le pH des flacons a été mesuré grâce à un pH-mètre de marque Jenway périodiquement durant toute la période d'incubation.

III.5.3.2.Dosage du fer :

Les bactéries chimiolithotrophes utilisent comme source d'énergie l'oxydation du fer ferreux en fer ferrique, par conséquent le dosage du fer ferreux dans le milieu périodiquement peut renseigner sur l'activité bactérienne. Le dosage de fer ferreux a été fait par titrage avec les manganates de potassium, après avoir prélevé et centrifugé 3 ml de chaque échantillon avec dilution au 1/10^{ème} lors du titrage.

Après chaque prélèvement de 3 ml de solution pour analyse, une quantité équivalente du milieu 9K a été réintroduite dans le milieu réactionnel.

Le protocole utilisé lors du dosage de fer est comme suit :

- Prélever 3 ml de chaque flacon.
- Rajouter 3 ml de milieu 9K dans chaque flacon
- Centrifuger pendant 20 minutes à 4000 tr/min
- Prélever 2 ml de chaque tube Falcon centrifugé
- Diluer les 2 ml prélevés au 1/10ème (compléter les 2 ml jusqu'à 20ml avec l'eau distillée) dans un bécher.
- Préparer une solution centimolaire de permanganate de potassium et la mettre dans une burette.
- Titrer la solution dans le bécher avec les permanganates de potassium
- Calculer la concentration des ions de fer selon la formule suivante :

$$[\text{Fe}^{2+}] = 5 \cdot [\text{MnO}_4^{2-}] \cdot V_{\text{équivalent}} / V_{\text{total}}$$

Avec :

[Fe²⁺] : Concentration des ions ferreuses.

[MnO₄²⁻] : Concentration des permanganates de potassium.

V_{équivalent} : Volume équivalent.

V_{total} : Volume de la solution dans le bécher.



Figure 37 : Dosage de fer

Conclusion Au cours de ce chapitre, nous avons décrit le matériel et les méthodes utilisés pour l'étude de la lixiviation de l'or par voie bactérienne. Cette étude comporte deux volets : le premier concerne le traitement et la préparation des échantillons minéraux prélevés d'Amesmassa pour les utiliser après dans l'isolement des bactéries lixiviantes et le procédé de lixiviation bactérienne au cours du deuxième volet .

Pour le suivi de la lixiviation bactérienne, le dosage du fer, la mesure du pH et la conductivité, de façon périodique, sont réalisés. Le schéma suivant récapitule toutes les étapes .

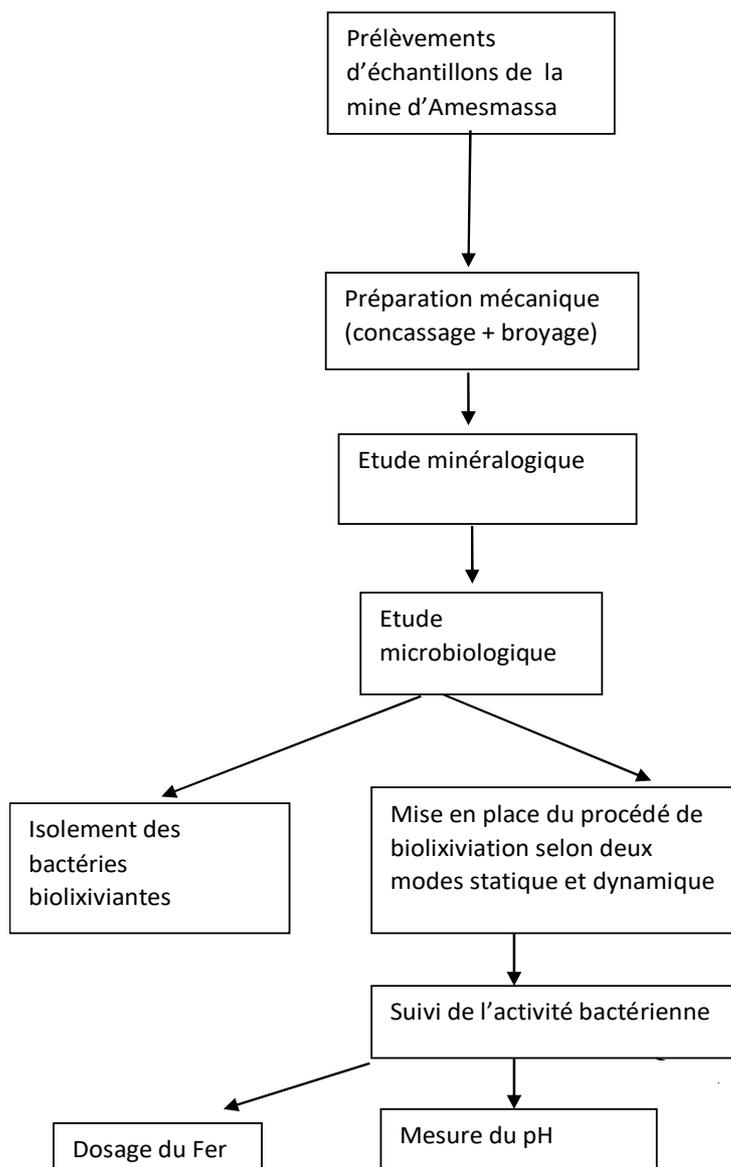


Figure 38: Schéma explicatif des différentes étapes

Chapitre IV :
Résultats et interprétations

IV.1. Caractéristiques des échantillons avant traitement :

IV.1.1. Caractérisation physique :

Résultats du poids volumique apparent

Les résultats du poids volumique apparent de l'ensemble des échantillons seront représentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 9 : résultats obtenus pour la masse volumique apparente des échantillons de La mine d'Amesmesssa.

	Ech 1	Ech 2	Ech 3	Ech 4
M₁	12.023	10.737	27.228	10.799
M₂	12.209	10.930	27.398	11.012
V₁	11	30	26	20
V₂	16	35	37	24
ρ_{apparent}	2.499	2.233	2.514	2.854

Le volume apparent des grains est donné par :

$$V = \Delta V - V_p$$

$$\text{Avec : } \Delta V = V_2 - V_1 \text{ et } V_p = (M_2 - M_1) / \rho_p$$

$$\rho_p = 0.98 \text{ g/cm}^3$$

V_p : volume de la paraffine

ρ_p : masse volumique de la paraffine

$$\rho_{\text{apparent}} = \rho_2 = M_1 / V$$

Les valeurs du poids volumique montrent que les quatre échantillons ont une masse volumique apparente qui varie entre 2.23 et 2.85 g/cm³.

Résultats du poids volumique des particules solides

Le tableau ci-après résume les résultats obtenus du poids volumique des grains solides pour les quatre échantillons.

Tableau 10 : résultats du poids volumiques des particules solides

	Ech 1	Ech 2	Ech 3	Ech 4
M₁	30.801	27.454	30.802	27.454
M₂	36.179	30.940	33.994	30.422
M₃	87.781	55.272	86.372	55.161
P_{réelle}	0.130	0.05	0.07	0.04

On constate que les valeurs du poids volumique des grains solides varient entre 0.04 et 0.13 g/cm³.

IV.1.2. Caractérisation chimique :

L'analyse des 4 échantillons étudiés a donné les résultats représentés dans le tableau suivant :

Tableau 11 : Analyse à Fluorescence X permettant de déterminer les concentrations en pourcentage des éléments chimiques dans les échantillons

Pourcentage Elément	Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3	Echantillon 4
Cd	1.576	1.098	3.540	0.708
Ag	1.558	1.396	3.121	1.285
Pb	43.001	2.138	5.023	0.300
Zn	2.358	1.903	4.541	0.929
Cu	0.464	0.517	0.544	0.532
Ni	<LOD	0.497	0.739	0.688
Co	<LOD	0.819	<LOD	1.072
Fe	37.905	83.230	67.980	86.097
Mn	0.293	1.255	<LOD	1.472
Cr	0.750	0.301	1.211	0.201

Echantillon 2

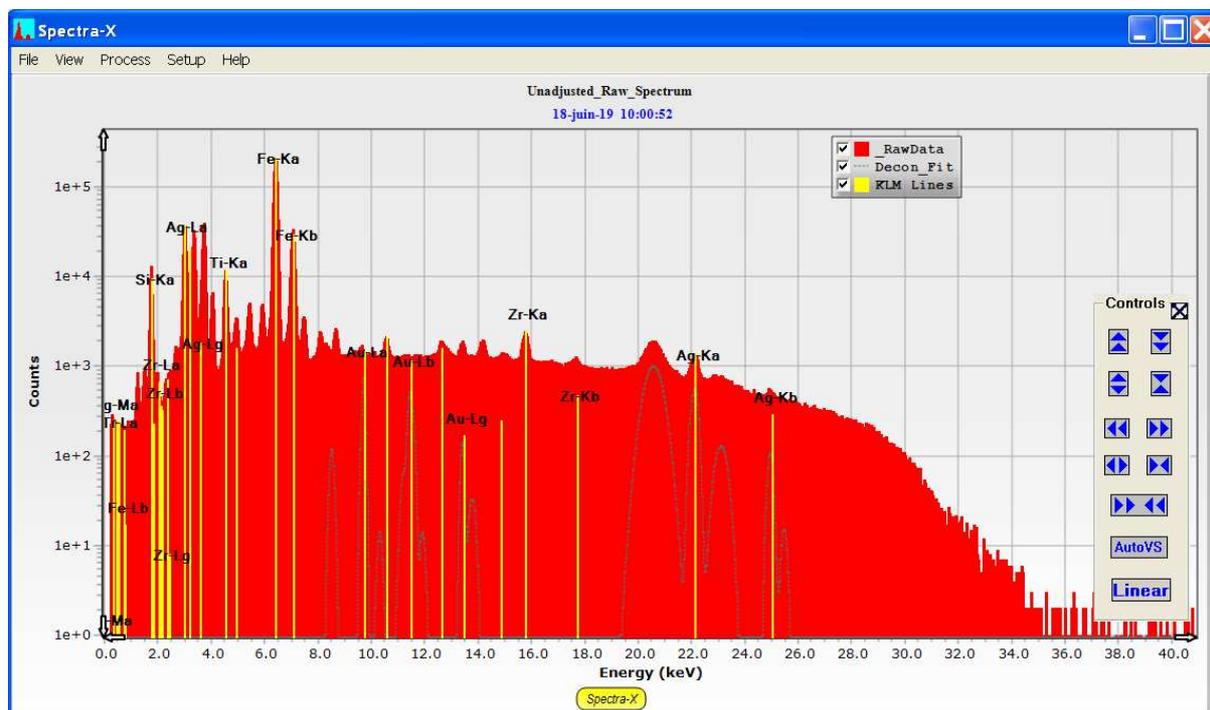


Figure 40 : Spectre de fluorescence X de l'échantillon 2

Echantillon 3

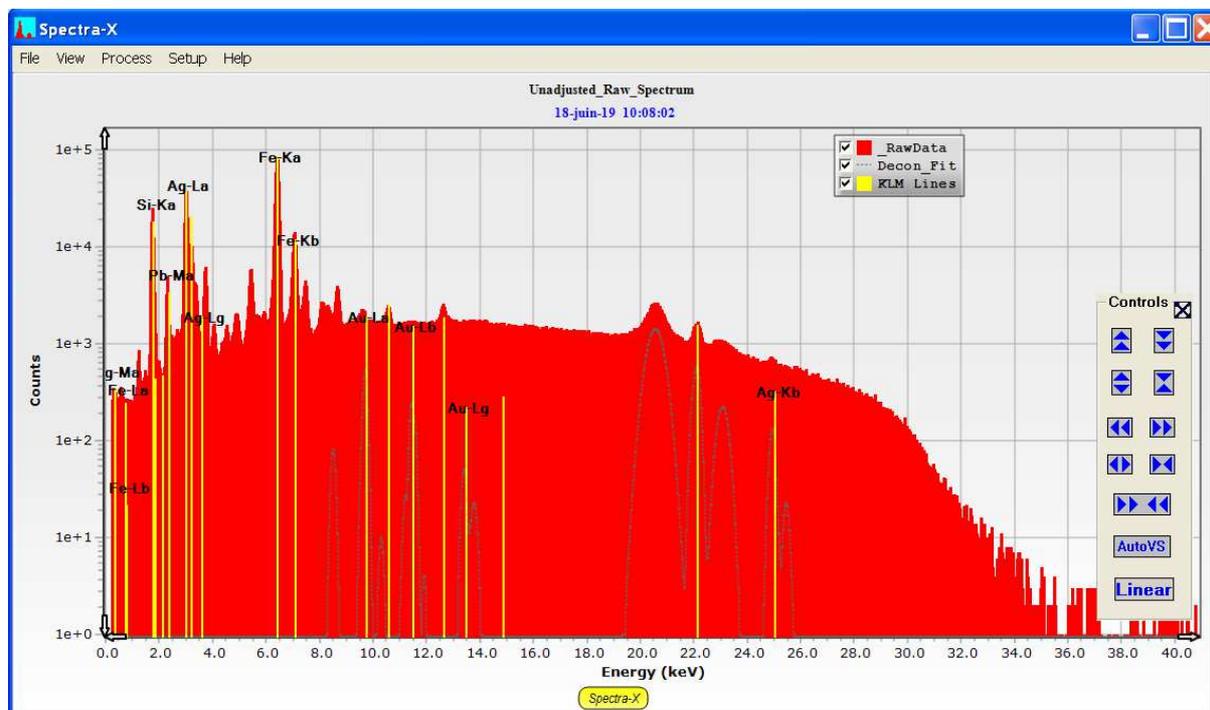


Figure 41 : Spectre de fluorescence X de l'échantillon 3

Echantillon 4

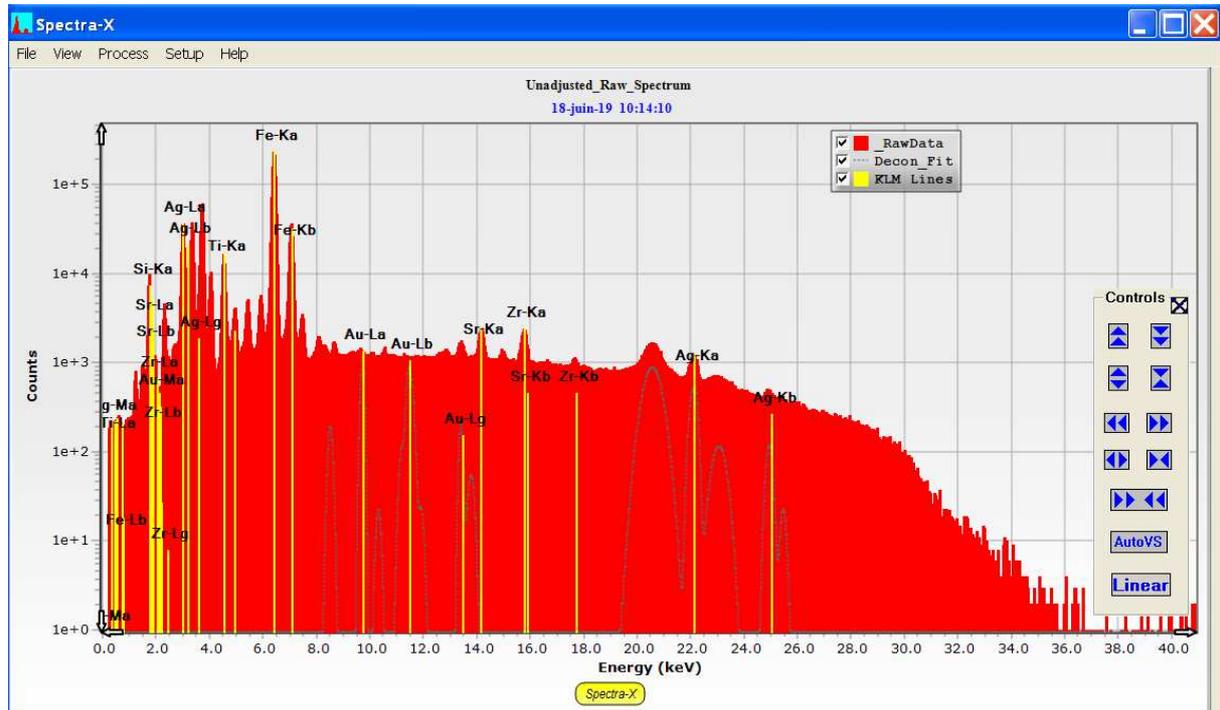


Figure 42 : Spectre de fluorescence X de l'échantillon 4

Résultats de la composition chimique des différents échantillons :

Ech1: 10.1µg/g I=15.47 ± 3.858

Ech2: 23.2µg/g i= 35.49 3.589

Ech3: 20.0µg/g 30.67 4.027

Ech 4: 35.9 µg/g 54.93 3.562

Les résultats de cette analyse montrent que la teneur en or des 4 échantillons varie d'un échantillon à un autre. Ainsi l'échantillon 4 s'avère le plus riche en or, suivi de l'échantillon 2, puis 3. L'échantillon 1 en revanche, s'avère le plus pauvre avec la teneur la plus faible de 10,1µg/g d'échantillon.

IV.1.3.Caractérisation minéralogique

IV.1.3.1.Microscopie optique

Afin de déterminer l'association minéralogique dans notre zone d'étude, nous avons eu recours à l'analyse microscopique des échantillons:

La gangue :

Quartz déformé et présentant une extinction roulante ce qui est révélateur d'un métamorphisme intense.

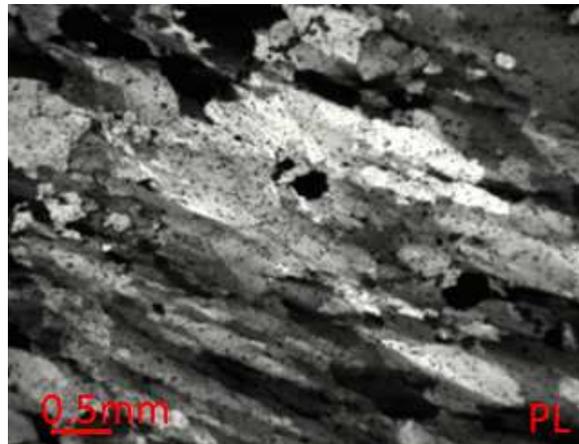


Figure 43: Cristaux de Quartz très déformés

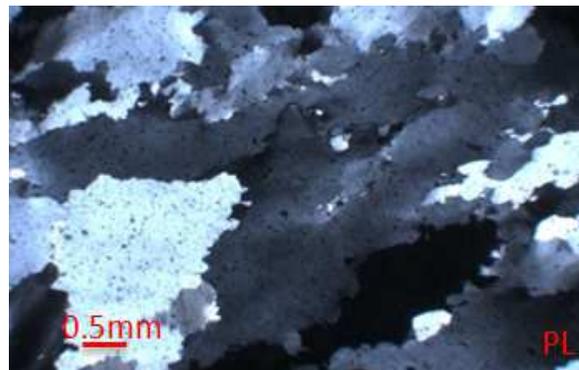
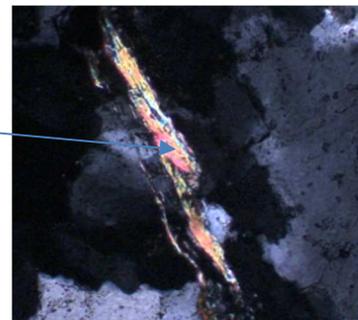


Figure 44 : Plage de Quartz présentant une extinction roulante
Muscovite fréquente notamment dans les roches métamorphiques.



**Muscovite
présentant une
teinte de
polarisation du 2^{ième}**



La minéralisation :

Minéraux métallifères : Or (il cicatrise les microfissures situées dans le quartz et la pyrite),
Sulfures (Pyrite plus abondante).

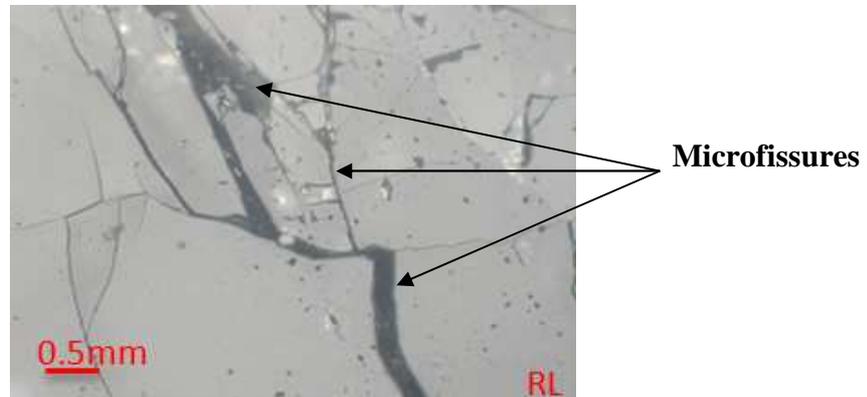


Figure 45 : Remplissage des microfissures présentes dans le Quartz (Kheloufi et al, 2016)

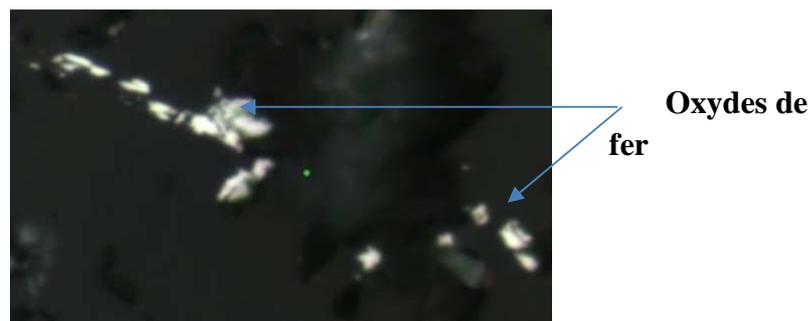


Figure 46 : Oxydes de fer cicatrisants des microfissures dans le Quartz (Kheloufi et al, 2016)

IV.1.3.2. Analyse par spectroscopie Infrarouge

Le spectre infrarouge de l'échantillon brut du minerai aurifère d'Amesmessa a été enregistré entre 4 000 et 500 cm^{-1} . L'analyse indique plusieurs bandes de différentes intensités, en particulier les sulfures (pyrite, galène) et les silicates.

D'une manière générale les spectres infrarouges des sulfures sont moyennes et très fortes pour les disulfures. On remarque une bande très forte entre 650 et 700 cm^{-1} correspond aux pics des silicates (Quartz) et des variations de faibles intensités liées à la présence des liaisons amides N-H et d'acides carboxyliques C-H.

Tableau 12 : Fréquences et intensités observées pour les différents groupements

Groupement	Liaison	Position en cm-1 et intensité des bandes
Disulfures	R-S-S-R'	510.23 (Très forte)
Sulfures	C-S	701.54 (Moyenne)
Silicates	Si-O	680.75 (Très forte)
Acides carboxyliques	O-H	2392.34 (Très faible)
Liaison C-H de CHO	C-H	2947.67 (Moyenne)
Amides	N-H	3495.95 (Faible)

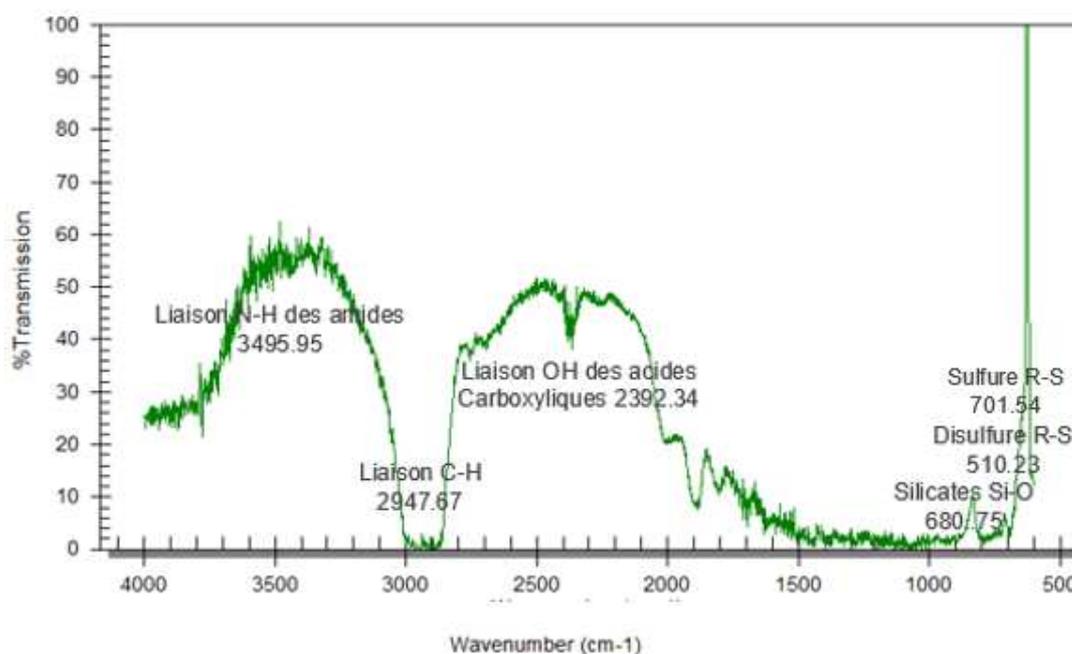


Figure 47 : Spectre infrarouge du minerai aurifère brut

IV.2. Caractéristiques des échantillons après traitement :

IV.2.1. Observation microscopique des bactéries ferro et sulfato-oxydantes

La première observation de la croissance a été visuelle (coloration du milieu de culture passant du vert à l'orangé) et confirmée par l'observation des microorganismes au microscope photonique. Les résultats de l'observation microscopique des bactéries cultivées dans l'inoculum, a montré qu'il s'agit bien d'une mixture bactérienne puisque les germes observés présentent des formes différentes, comme mentionné dans la figure 48.

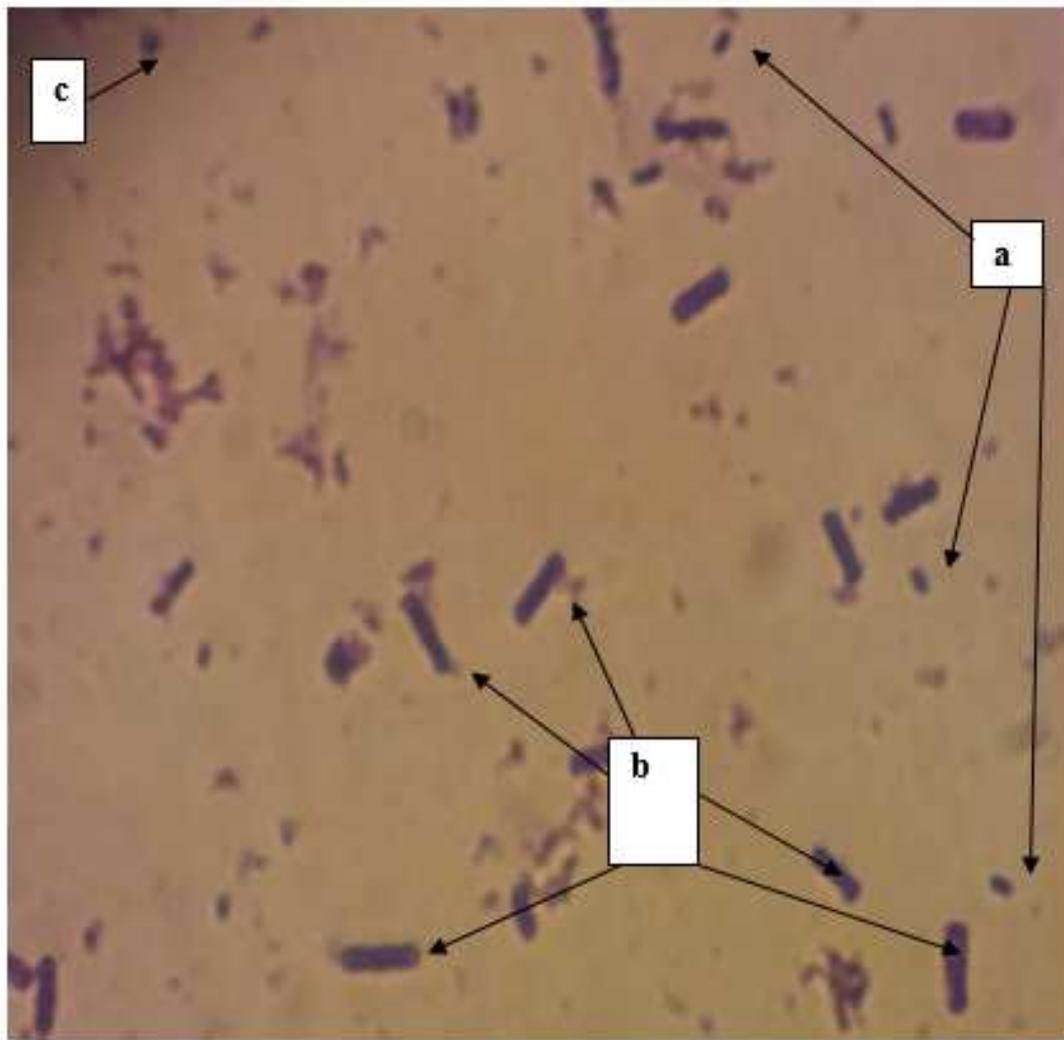


Figure 48 : Bactéries acidophiles de l'inoculum observées au microscope photonique (GrX400)

a) Bâtonnets, b) Courtes chainettes et en c) Coco-bacilles.

Ainsi nous distinguons des bacilles, des chainettes courtes et une forme coco-bacillaire.

La forme bacillaire pourrait correspondre aux cellules du genre *Thiobacillus*. Il a été rapporté que les bactéries de ce genre se présentent sous forme de bacilles.

Selon le *Bergey's Manual of Systematic Bacteriology* (Kelly et Harrison, 1989), le seul critère qui permet de regrouper toutes les espèces de *Thiobacillus* en un seul et unique genre est que l'isolat doit être une eubactérie en forme de bâtonnet et qu'il doit tirer son énergie de l'oxydation autotrophique des composés soufrés inorganiques.

En conséquence, ce genre comprend des espèces avec des besoins très différents en termes de pH et de température de croissance ainsi qu'en termes de besoins nutritionnels.

Cependant et en absence d'une caractérisation affinée, l'observation microscopique est trop insuffisante pour identifier une bactérie

Thiobacillus ferrooxidans est une bactérie, gram négatif, a la forme d'un bâtonnet 0,5 µm de diamètre par 1,0 à 2,0 µm de long et possède un flagelle qui assure sa mobilité (Miller et Melick., 1987). Elle ne forme pas de spores de résistance. La reproduction se fait par fission binaire.

On la retrouve généralement seule ou en paire, rarement en courtes chaînes (Buchanan et Gibbons., 1974).

Par ailleurs, la capacité d'une bactérie à croître sur un milieu sélectif, permet dans une certaine mesure d'affiner la reconnaissance d'une bactérie. En effet un milieu sélectif est un milieu qui répond à des exigences physiologiques bien précises d'une espèce bactérienne ciblée.

Dziurla en 1992, avait élaboré différents milieux solides spécifiques à la croissance de *Thiobacillus ferrooxidans*, comme le milieu N2K, N3K et le milieu FeTSB.

Dans le but de rechercher la présence de *Thiobacillus ferrooxidans* dans la mixture, nous avons cultivé les bactéries de la mixture sur milieu N2K solide. Nous nous attendions par cela, à isoler *Thiobacillus ferrooxidans*, au cas où elle figure dans le consortium bactérien de l'inoculum.

Culture des bactéries *Thiobacillus ferrooxidans* sur milieu sélectif N2K

Après une période d'incubation d'environ deux mois à 30°C, nous avons noté l'apparition de colonies de couleur jaune, de taille moyenne et de forme arrondie avec contour régulier.

La période requise pour le développement des colonies, est due à l'adaptation de la souche au nouveau milieu N2K, car l'ensemencement a été réalisé à partir du milieu 9K (l'inoculum), d'une part et d'une autre part, cette souche est caractérisée par un temps de génération assez long.

Le temps de génération représente le temps nécessaire à une bactérie pour se dédoubler. Selon Ferroni, le temps de génération de *Thiobacillus ferrooxidans* peut aller jusqu'à 103 heures. Cependant il est important de signaler que le temps de génération d'un germe bactérien est grandement influencé par les conditions de culture (quantité et nature du substrat, pH, T° etc....)

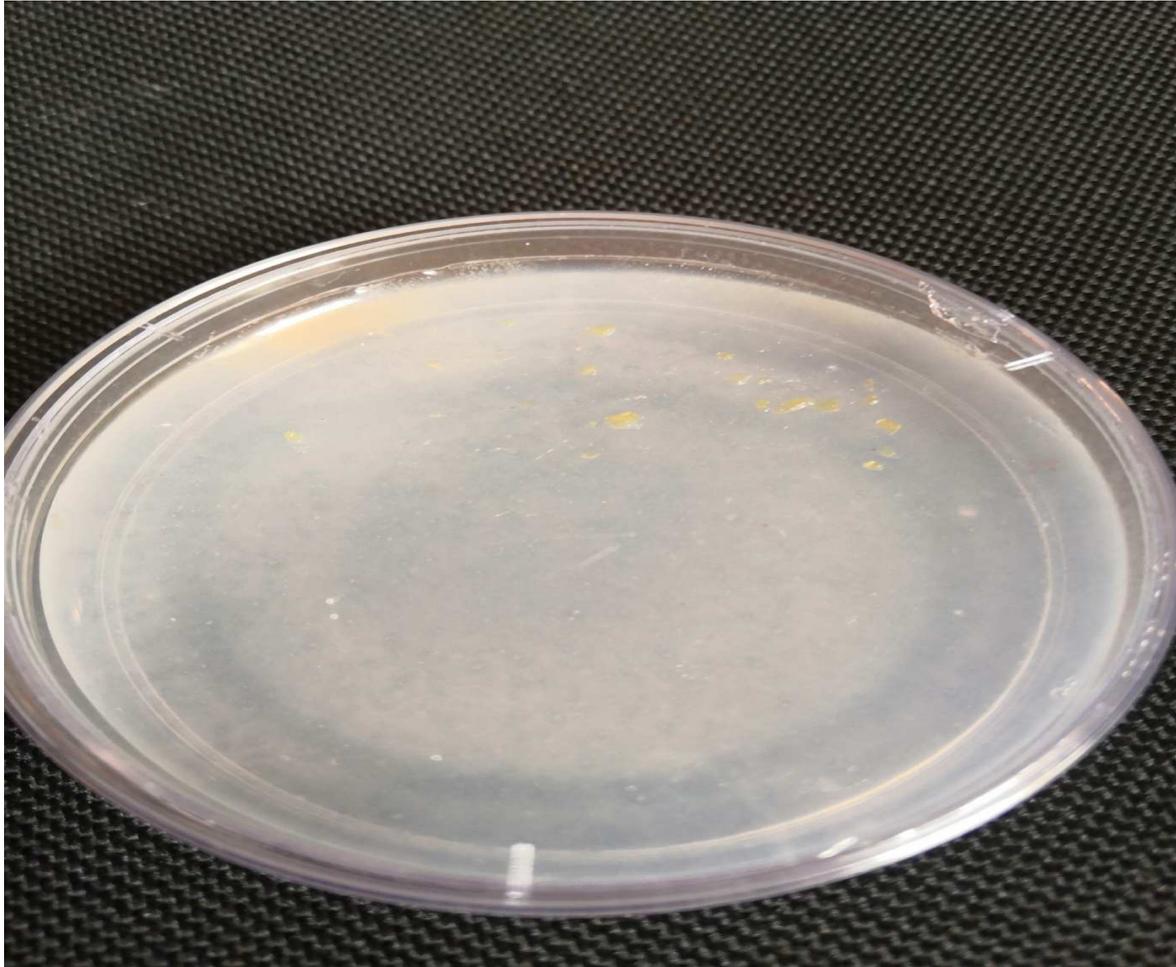


Figure 49 :Aspect macroscopique de *Thiobacillus ferrooxidans* cultivée sur milieu sélectif N2K solide

La couleur jaune des colonies pourrait être due à la formation de dépôt de soufre lors de la croissance des bactéries du genre *Thiobacillus* sur milieu solide suite à l'oxydation du soufre du milieu.

La croissance de cette souche sur un milieu très sélectif pour *Thiobacillus ferrooxidans*, favorise l'orientation de l'identification de cette souche comme *Thiobacillus ferrooxidans*, cette orientation est soutenue par l'aspect bacillaire mis en évidence lors de l'observation microscopique et les propriétés de culture telles que le caractère chimiolithotrophe, autotrophe acidophile et mésophile, démontrés ultérieurement.

IV.2.2. Caractérisation minéralogique par spectroscopie infrarouge :

L'analyse par spectrophotométrie Infrarouge, réalisée sur le minerai après traitement par lixiviation bactérienne, présente plusieurs bandes : produits sulfurés, sulfonamide et silicates. Le tableau suivant montre les différentes intensités des bandes observées.

Tableau 13 : Fréquences et intensités observées pour les différents groupements après traitement (système statique)

Groupement	Liaison	Position en cm-1 et intensité des bandes
Disulfures	R-S-S-R'	500.90 (Très forte)
Sulfures	C-S	690.58 (Moyenne)
Silicates	Si-O	1063.02 (Très forte)
Sulfonamide	R-SO ₂ -NR'R''	1370.15 (Forte)
Acides carboxyliques	O-H	2645.56 (Très faible)
Liaison C-H de CHO	C-H	2952.12 (Moyenne)
Amides	N-H	3490.34 (Faible)

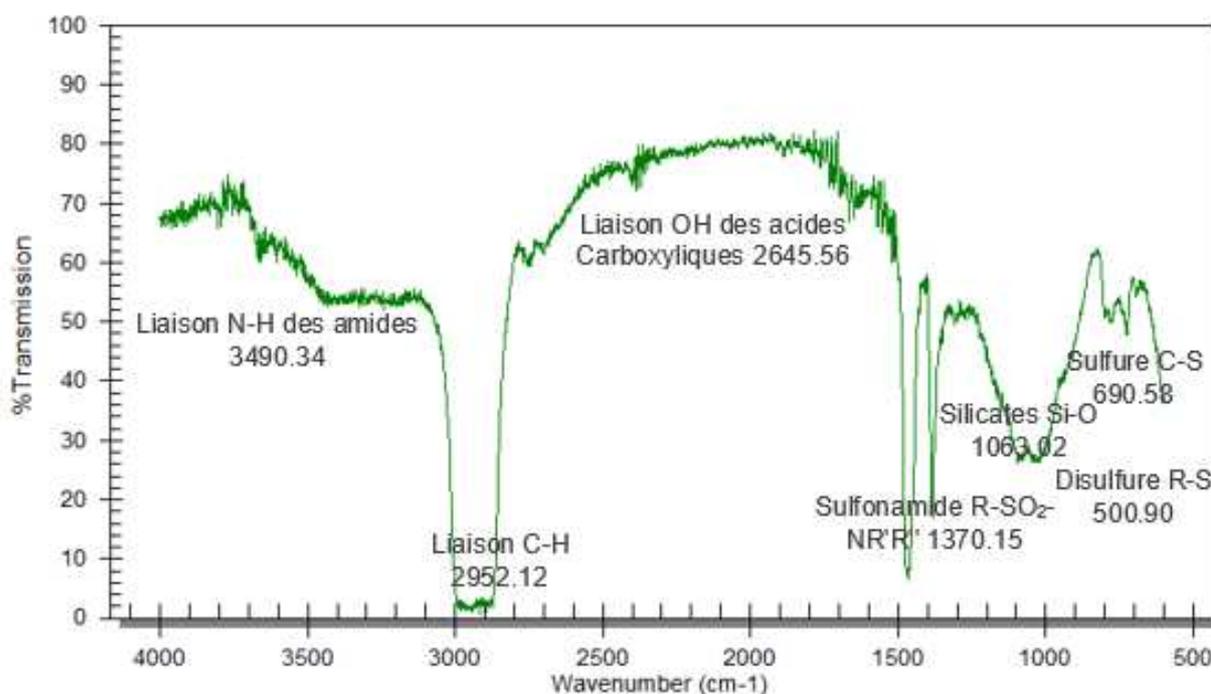


Figure 50 : Spectre infrarouge des phases minéralogiques observées après traitement en système statique

Tableau 14 : Fréquences et intensités observées pour les différents groupements après traitement (système dynamique)

Groupement	Liaison	Position en cm-1 et intensité des bandes
Disulfures	R-S-S-R'	600.35 (Très forte)
Sulfures	C-S	700.62 (Moyenne)
Silicates	Si-O	1083.65 (Très forte)
Sulfonamide	R-SO ₂ -NR'R''	1463.02 (Forte)
Acides carboxyliques	O-H	2368.74 (Très faible)
Liaison C-H de CHO	C-H	2868.41 (Moyenne)
Amides	N-H	3456.98 (Faible)

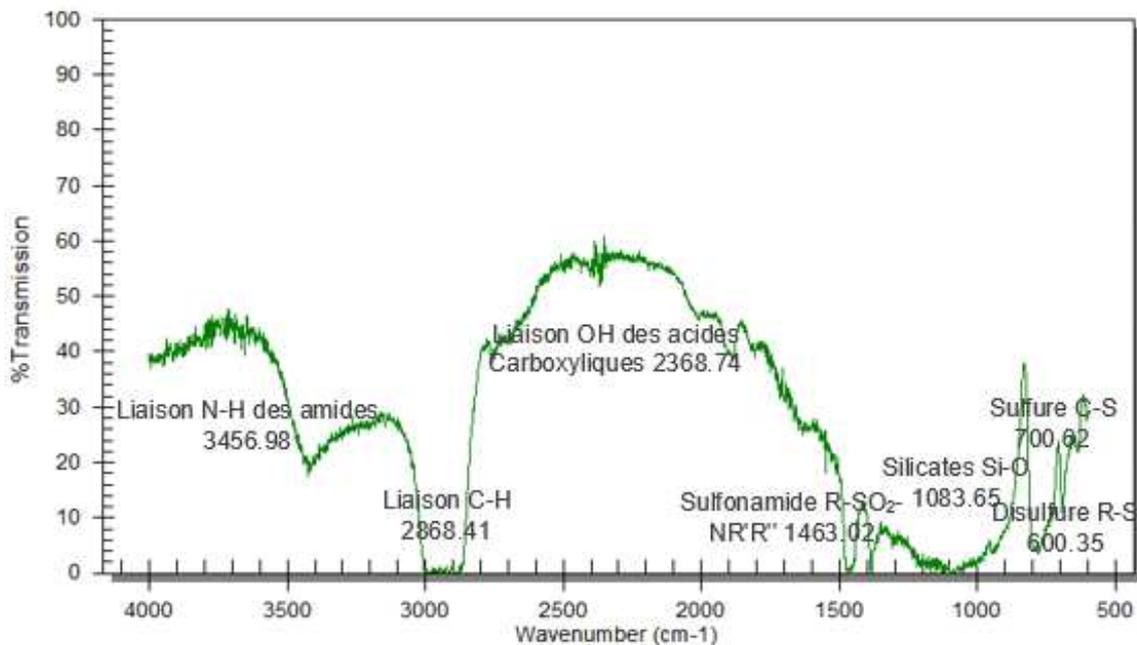


Figure 51 : Spectre infrarouge des phases minéralogiques observées après traitement en système dynamique

En fin de traitement par lixiviation bactérienne, on constate que les bandes des composés sulfurés et silicatés existent toujours mais avec une intensité différente. Cela implique que la pyrite n'a pas été oxydée totalement par les bactéries *thiobacillus ferroxidans*. La présence des sulfures est liée aussi à la précipitation des sulfates de fer nouvellement formés.

De plus, une augmentation des composés amides et sulfonamides dans les deux systèmes de traitement est observée. Cette augmentation est due essentiellement au métabolisme bactérien (la croissance bactérienne génère la sécrétion des produits amines).

Du point de vue fréquence et intensité, en système dynamique, les bandes caractéristiques des composés amides présentent des spectres intenses. Cela est dû à l'agitation orbitale qui a accéléré les réactions chimiques.

IV.2.3.Suivi du réacteur de la lixiviation bactérienne

IV.2.3.1.Dosage du fer ferreux

Le dosage du fer ferreux durant toute la période d'incubation est représenté dans les graphes suivants :

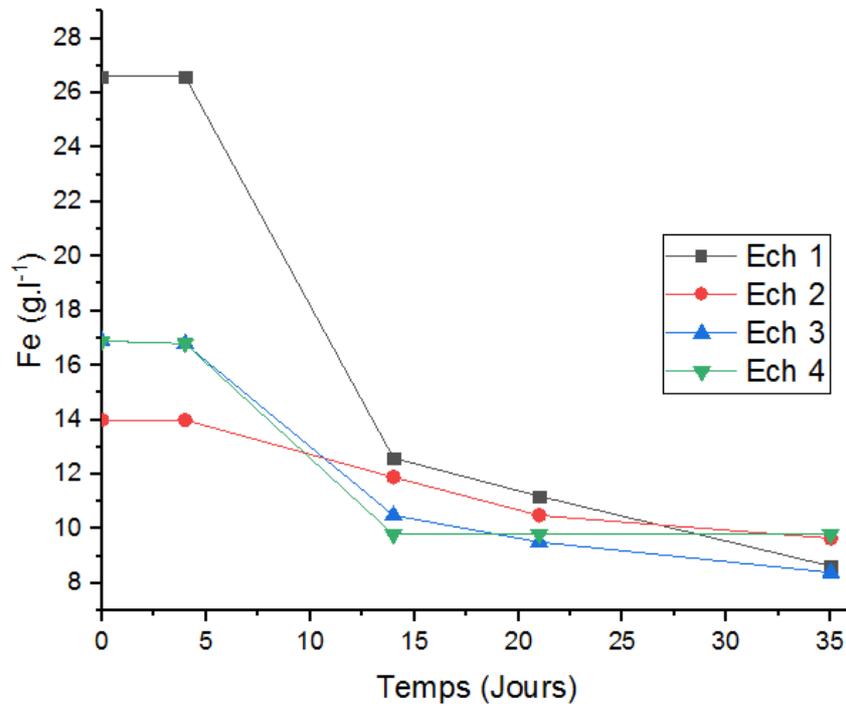


Figure 52 : Evolution de la quantité de Fe²⁺ en fonction du temps d'incubation, en mode statique

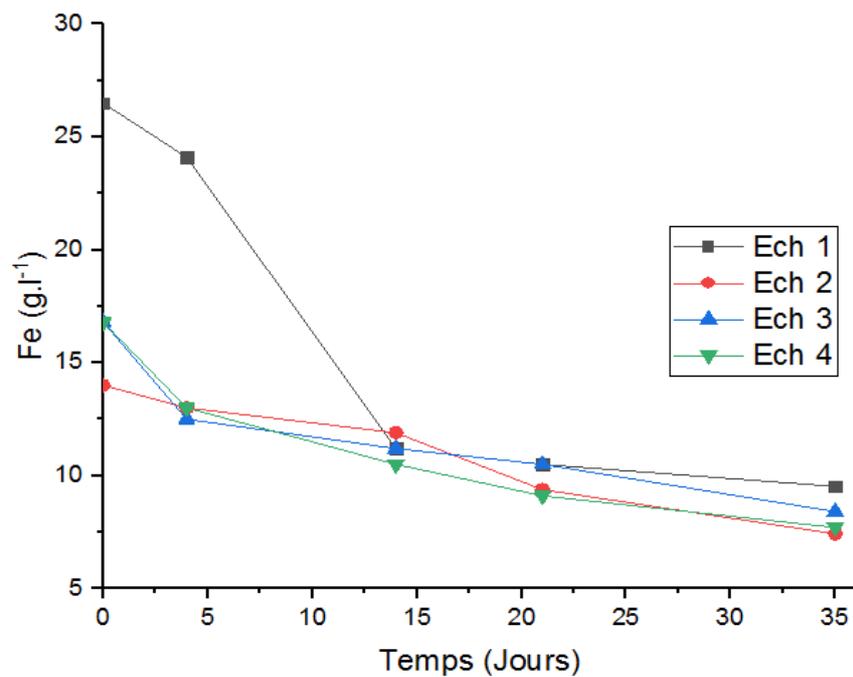


Figure 53 : Evolution de la quantité de Fe²⁺ en fonction du temps d'incubation, en mode dynamique

Les graphiques représentés dans les courbes 52 et 53 montrent l'évolution de la concentration du fer ferreux en fonction du temps d'incubation des bactéries, selon les deux modes étudiés statique et dynamique. Que ce soient en mode statique ou dynamique les courbes montrent que les concentrations du fer ferreux (Fe^{2+}) évoluent dans le même sens. En effet nous notons une diminution du contenu du milieu de culture en Fe^{2+} . La concentration du Fer ferreux est passée d'une valeur de 26 g/ml en début d'incubation à une valeur de 8 et 6 mg/ml respectivement pour l'essai statique et dynamique. Ce résultat traduit l'utilisation de ce substrat par les bactéries pour assurer leur croissance.

En microbiologie l'utilisation du substrat est considérée comme un moyen, parmi d'autres (mesure de la turbidité, dosage des protéines, l'ATPmétrie, l'épi fluorescence), permettant l'estimation de la croissance bactérienne. Ainsi la quantité de substrat diminue dans le milieu au fur et à mesure que la densité bactérienne augmente. Le temps correspondant à l'augmentation du nombre des bactéries caractérise la phase exponentielle de croissance. La quantité de substrat se minimise au fur et à mesure de son utilisation en fin d'incubation, elle correspond à la phase de déclin durant laquelle le nombre de bactéries chute, sous l'effet de la mort progressive de certaines d'entre elles. Certains auteurs s'accordent pour dire que le taux d'oxydation du fer ferreux est directement proportionnel au taux de croissance bactérien (Godard, 1988).

La phase exponentielle est caractérisée par un taux de croissance élevé, dû à la présence d'une quantité maximale de substrat, d'une part et d'une autre part, à la capacité des bactéries à utiliser ce substrat. Dans notre cas les bactéries ont révélé leur statut chimiolithotrophe, autotrophe, acidophile et mésophile. En effet, ces bactéries oxydent le fer ferreux (substrat non organique) en fer ferrique pour en tirer l'énergie nécessaire à leur métabolisme, confirmant ainsi leur caractère chimiolithotrophe; synthétisent leur molécules biologiques à partir du carbone minéral donc autotrophe et croit en présence d'un pH très acide et à une température de 30°C qui permet la croissance des germes mésophiles.

Les bactéries dont les propriétés de croissance correspondent à ce statut sont essentiellement *Thiobacillus ferrooxidans*, *Thiobacillusthiooxidans*, *Leptospirillum ferrooxidans*. Bien que ces espèces et d'autres espèces acidophiles puissent jouer un rôle important dans la lixiviation des minéraux, *T. ferrooxidans* a souvent été utilisée comme modèle bactérien pour l'étude de l'oxydation du fer (Johnson et al., 1993). Il est largement admis que *T. ferrooxidans* et d'autres oxydants du fer agissent comme un catalyseur pour la production d'acide par oxydation constante du fer réduit (Fe^{2+}) en fer ferrique (Fe^{3+}) qui agit alors comme oxydant chimique de la pyrite.

Il est intéressant de noter que la plupart des formulations commerciales de biolixiviation, sont réalisés avec un consortium de bactéries acidophiles, chimiolithotrophes pouvant inclure *T. ferrooxidans*, *Thiobacillus thiooxidans*, *Leptospirillum ferrooxidans* et des bactéries acidophiles hétérotrophes appartenant au genre *Acidiphilium* (Harisson, 1984; Kelly, 1988).

Bien que *T. ferrooxidans* soit considérée comme le membre le plus important du consortium, les cultures mixtes des bactéries sont souvent plus efficaces pour la décomposition du minerai que lorsque *T. ferrooxidans* est seule.

D'une autre part, ces résultats montrent une similarité quant à l'utilisation du Fe^{2+} et ce malgré les conditions de culture différentes. En effet, la principale différence réside dans l'agitation qui est complètement absente dans le mode statique .

L'absence d'agitation traduit la présence d'un faible flux d'oxygène ,or le caractère aérobie des bactéries biolixiviantes comme *Thiobacillus ferrooxidans* ,*Thiobacillus ferrooxidans* ou *leptospirillum ferrooxidans* ,ne devrait pas permettre une telle utilisation du fer puisque la croissance de ces germes serait limitée par l'oxygène ,dans cette condition. Cependant ,des travaux antérieurs ont pu mettre en évidence qu'en absence complète d'oxygène, sous quelques 30 m de stériles, *T.ferrooxidans* ainsi que d'autres microorganismes non identifiés, produisent activement de l'acide sulfurique lors de l'oxydation de soufre et de sulfures en utilisant les ions ferriques comme accepteurs des électrons (Mend reports ,1999).

L'analyse des graphiques représentés dans les figures 52 et 53 montrent une diminution très importante de la quantité de fer durant la période allant jusqu'à 15jours d'incubation. Notamment pour l'échantillon 1. Cependant il convient de signaler qu'en mode statique, cette diminution n'a été enregistrée qu'après 5j d'incubation .Durant ces 5 premiers jours d'incubation, la courbe présente un petit plateau, traduisant une quantité de fer constante.

Dans le cas dynamique, en revanche, la diminution du fer dans le milieu est directement entamé, depuis le premier jour d'incubation .Ces constatations pourraient être interprétées comme suite : que ce soit en mode statique ou dynamique ,la phase allant jusqu'à 15jours correspondrait à la lixiviation chimique du fer liée à la présence dans le milieu de sulfates ferriques et de l'acide sulfurique. Au-delà de cette période (du 15eme jour jusqu'à la fin d'incubation ,40eme jour) ce serait la lixiviation bactérienne qui aurait pris le relais.

Globalement, l'activité oxydatrice bactérienne révélée dans cette partie de l'étude est très intense. Il a été rapporté que le rendement de la biolixiviation des métaux est meilleure en présence d'une mixture de bactéries acidophiles (Liu *et al.*, 2018) .Par ailleurs la variété de microorganismes présents, est un indice très sûr, des capacités métaboliques du monde microbien qui colonise cet environnement minier. L'utilisation du fer par ces bactéries montre leurs contribution dans le cycle du fer et à l'affectation de la géochimie environnementale (Kappler et Straub, 2005).

IV.2.3.2.Suivi de l'acidité :

L'évolution du degré d'acidité durant toute la période d'incubation est représentée pour les deux modes d'essai, statique et dynamique, dans les courbes 52 et 53.

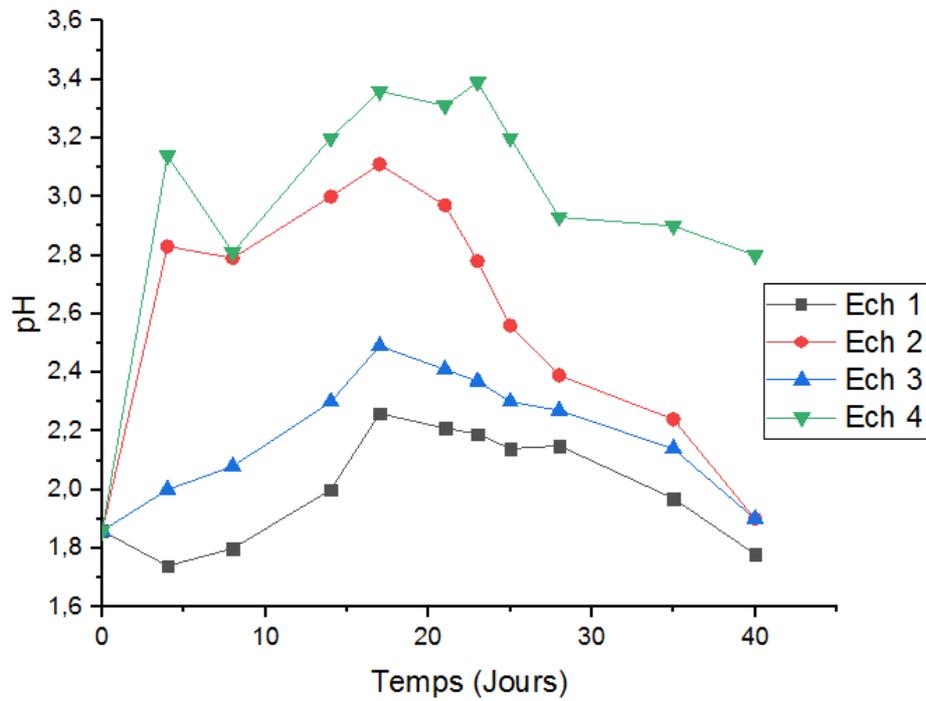


Figure 54 : Evolution de la valeur du pH en fonction du temps dans un réacteur de lixiviation biologique en mode statique

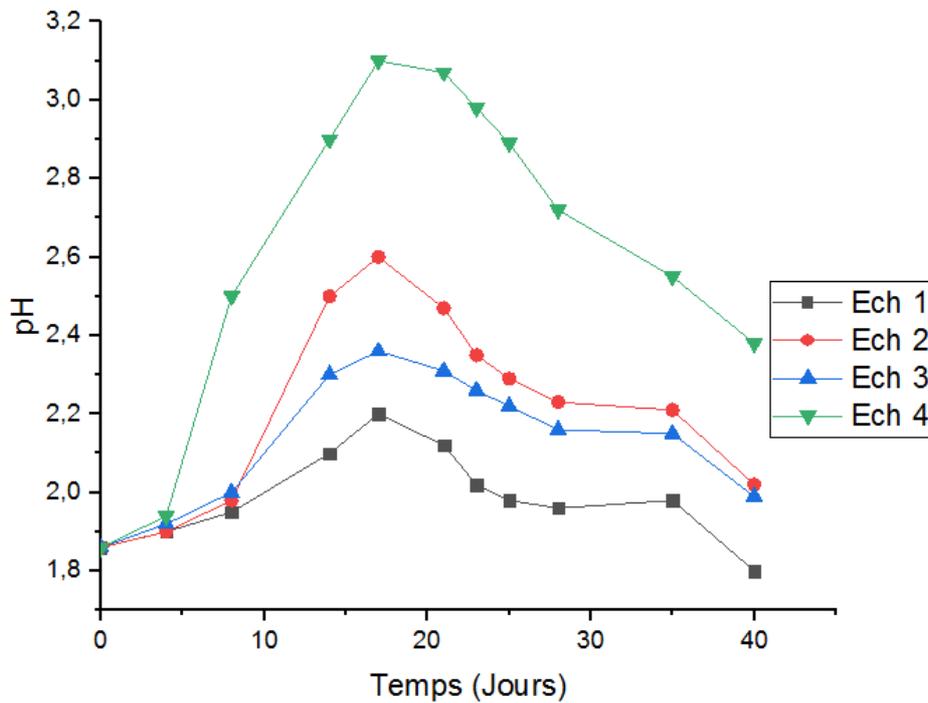
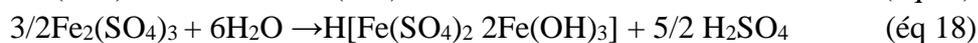
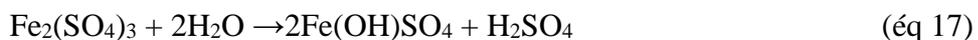


Figure 55 : Evolution de la valeur du pH en fonction du temps dans un réacteur de lixiviation biologique en mode dynamique

Les courbes 54 et 55 montrent des variations des valeurs du pH en fonction du temps d'incubation et pour les deux modes d'essais statique et dynamique. Il ressort de ces figures que, le pH initial de la solution augmente au cours des quinze premiers jours, puis commence à baisser au cours du temps jusqu'à la fin d'incubation.

Cette augmentation serait due essentiellement à la dissolution de quelques minéraux de gangue présents dans l'échantillon, principalement les silicates, qui est consommatrice d'acide tandis que la diminution du pH serait probablement due à l'action bactérienne, notamment l'oxydation du soufre, l'oxydation de la pyrite présente dans l'échantillon ou encore la précipitation d'hydroxydes ferriques et ou de jarosite qui produirait de l'acide selon les réactions suivantes :



Il convient de signaler que l'augmentation du pH en début d'incubation occure dans la même période ou la quantité du fer chutait .Ceci orienterait l'interprétation dans le sens d'une lixiviation chimique. Puis au-delà de 15 jours d'incubation, la lixiviation biologique prend place dès le 15 eme jours d'incubation jusqu'à la fin de l'expérimentation. Cette interprétation semble bien adaptée aux résultats obtenus par le dosage du fer ferreux.

Des résultats similaires sont signalés par Guy NKULU, 2012.

Ainsi l'acidité nécessaire à l'extraction de l'or par solubilisation biologique de la pyrite est assurée par les bactéries ferro- oxydantes et sulfo- oxydantes .ces dernières produisent de l'acide sulfurique qui favorise l'abaissement du pH.

Les travaux de Ko en 2013, ont signalé une baisse de pH en accord avec nos résultats .

Cependant cette baisse du pH est hétérogène et varie suivant les échantillons étudiés.

La baisse du pH correspondrait à la phase exponentielle de croissance durant laquelle les bactéries oxydent le fer ferreux, cette réaction provoque indirectement, la production de l'acide sulfurique qui fait augmenter l'acidité du milieu.

Cependant il est important de noter que les variations du pH ne diffèrent pas trop entre les deux modes .Pour cette raison, il serait plus raisonnable d'opter pour l'utilisation de réacteur en mode statique, plus économique en terme d'installation.

Conclusion générale

Cette étude a porté sur l'évaluation de la lixiviation biologique des sulfures métalliques pour améliorer l'extraction de l'or, dans des échantillons en provenance de la mine aurifère d'Amesmassa.

Nous avons entamé ce travail par des études minéralogiques et chimiques des échantillons en utilisant, la microscopie optique et la fluorescence X, qui ont révélé une hétérogénéité tant sur le plan de la composition chimique que sur le plan de la teneur en or. Ces analyses sont effectuées suite à des traitements préliminaires d'échantillons comme le concassage et le broyage.

Des analyses de spectroscopie à infrarouge ont été également réalisées avant et après essais de lixiviation biologique.

Pour les essais de lixiviation bactérienne, nous avons procédé à l'isolement de bactéries lixiviantes à partir des échantillons broyés (granulométrie < 100µm). Nous avons utilisé un consortium bactérien qui contient probablement la bactérie *Thiobacillus ferrooxidans*.

Deux modalités de biolixiviation ont été étudiées : statique et dynamique afin d'évaluer l'impact d'une condition de culture : l'agitation, sur la biolixiviation. Le suivi de ce processus a été réalisé par le biais du dosage du fer ferreux et le contrôle périodique du pH. Les résultats de cette étude ont montré que les quantités de fer ferreux diminuent en fonction du temps renseignant sur l'utilisation du fer comme substrat pour la croissance de ces bactéries chimiolithotrophes. De la même manière les valeurs du pH se réduisent jusqu'en fin d'incubation. Cependant, en combinant les résultats avec la nature chimique des échantillons, il s'avère que l'échantillon 1 très riche en éléments réfractaires utilisent une très grande quantité de fer ferreux (en début d'incubation), ce qui laisserait penser que cet échantillon, très résistant à la lixiviation aurait recruté le fer ferreux du milieu.

Plusieurs solutions au problème d'extraction des métaux ont été étudiées et se regroupent principalement sous deux catégories : la solubilisation chimique et la solubilisation biologique.

Ces deux types de solution sont basés sur le même principe, soit la solubilité des métaux en conditions acides. Lors de la solubilisation chimique, le pH est abaissé directement par l'ajout d'un acide, comme l'acide sulfurique par exemple.

Pour ce qui est de la solubilisation biologique, l'acide nécessaire à l'abaissement du pH est produit par des bactéries qui se développent dans l'environnement considéré quand leurs substrats sont présents. Dans les deux cas, une fois les métaux solubilisés, les matières solides sont séparées de la phase liquide. La lixiviation biologique devrait être combinée à la lixiviation chimique pour assurer un rendement maximum.

En perspectives, il serait souhaitable de caractériser les bactéries isolées afin de déterminer leur affiliation phylogénétiques, de compléter cette étude par des analyses au microscope électronique à balayage afin de visualiser l'adhésion des bactéries sur les particules et évaluer la part de la lixiviation directe.

Références bibliographiques :

Bosecker, K. 1997. Bioleaching: metal solubilization by microorganisms. FEMS Microbiology Reviews; 20: 1997, 591-604.

Crundwell F.K. How do bacteria interact with minerals? Hydrometallurgy 71, 2003, 75–81.

Crundwell F. K. The influence of the electronic structure of solids on the anodic dissolution and leaching of semiconducting sulphide minerals. Hydrometallurgy. 21, 1988, 155-190.

D Morin et al, Somatic mutations altering EZH2 (Tyr641) in follicular and diffuse large B-cell lymphomas of germinal-center origin, Nature Genetics volume 42, number 2, 2010

Dreisinger D, Copper leaching from primary sulfides: options for biological and chemical extraction of copper. Hydrometallurgy 83, 2006, 10-20.

Edelbro R., Sandström A., Paul J, Full potential calculations on the electron band structures of spalerite, pyrite and chalcopyrite. Appl Surf Sci 206, 2003, 300-313.

Gounou C. Mobilité des éléments traces métalliques dans les sédiments : couplage et comparaison des approches chimique et microbiologique. Université Paris 12 – Val de Marne ; 2008, 292 p.

Greenwood, Norman N.; Earnshaw, Alan (1997). Chemistry of the Elements (2nd ed.). Butterworth-Heinemann. ISBN 978-0-08-037941-8.

Guy NKULU WA NGOIE(2012). Biolixiviation de la carrolite-Applications aux minerais sulfurés polymétalliques de l'Arc Cuprifère du Katanga en République Démocratique du Congo(RDC) (Cas des minerais de la mine de Kamoya/Kambove). thèse de doctorat université de Liège .222 pages

CK Gupta, TK Mukherjee - Bombay-Indian, Hydrometallurgy in extraction processes, 1990

Karavaiko G.I., Sakhno T.V., Emelyanov V.M., Plhilinova T.A., 1995. Electrophoretic mobility of *Thiobacillusferrooxidans* oxidizing Fe²⁺, SO₂, and sulfide minerals. Biohydrometallurgical processing, 1995, 13-22.

J. J. Krebs, B. T. Jonker, and G. A. Prinz, Journal of Applied Physics **61**, 2596 (1987); <https://doi.org/10.1063/1.337886>

N F Krebs, C J Reidinger, A D Robertson, M Brenner, Bone mineral density changes during lactation: maternal, dietary, and biochemical correlates, *The American Journal of Clinical Nutrition*, Volume 65, Issue 6, June 1997, Pages 1738–1746, <https://doi.org/10.1093/ajcn/65.6.1738>

Kelly, D.P. et A.P Harrison. 1989. Genus *Thiobacillus*. Dans Bergey's Manual of Systematic Bacteriology, Vol. 3. J. T. Staley, M.P. Bryant, N. Pfennig, H. Holt (eds). The Williams & Wilkins Co., Baltimore. p. 1842-1858.

A. Kheloufi, et al., Optical and spectroscopic characterizations of Algerian silica raw material to predict high quality solar-grade silicon, *Optical Materials* (2016), <http://dx.doi.org/10.1016/j.optmat.2016.09.063>.

L.G. Leduc, G.D. Ferroni, The chemolithotrophic bacterium *Thiobacillus ferrooxidans*, *FEMS Microbiology Reviews*, Volume 14, Issue 2, June 1994, Pages 103–119, <https://doi.org/10.1111/j.1574-6976.1994.tb00082.x>

Monroy Fernandez (1993). Biolixiviation -Cyanuration de minerais sulfurés aurifères réfractaires en dispositifs de percolation : Comportement des populations de *Thiobacillusferrooxidans* et influence de la minéralogie et de conditions opératoires.thèse de doctorat institut natinal polytechnique de Lorraine .238 pages
Morin D. et al, 2006

Nagpal S. A structure model for *Thiobacillusferrooxidans* growth on ferrous iron. *Biotechnology and Bioengineering* 53, 1996, 310-19.

Norris, K.J. *Behav Ecol Sociobiol* (1990) 27: 275. <https://doi.org/10.1007/BF00164900>

Norris PR., Thermophiles and bioleaching. In: Rawlings DE, ed. *Biomining: Theory, Microbes and Industrial Processes*. Springer-Verlag, Berlin, 1997, 247-258.

Pradhan N., Nathsarma K.C, Srinivasa K.R., Sukla L.B., et Mishra B.K., Heap bioleaching of chalcopyrite, *Minerals Engineering* 21, 2008, 355 – 360.

Prescott et al, Method and apparatus for therapeutic laser treatment, 1997.

Rawlings D.E., 2005. Characteristics and adaptability of iron- and sulfur-oxidizing microorganisms used for the recovery of metals from minerals and their concentrates. *MicrobialCellFactories*; 4, 2005.

Sand W., Gehrke T., Hallmann R., Schippers A., Towards a novel bioleaching mechanism. *Min Pro Ext Met Rev* 19: 1998, 97-106.

Schippers A., Jozsa P.G., Sand W., Sulfur chemistry in bacterial leaching of pyrite. *Appl Environ Microbiol* 62:1996, 3424-3431.

Schippers A., Sand W. Bacterial leaching of metal sulfide proceeds by two indirect mechanisms via thiosulfate or via polysulfides and sulfur. *Appl Environ Microbiol* 65, 1999, 319-321.

Schippers A. Biogeochemistry of metal sulfide oxidation in mining environments, sediments and soils. In: Amend JP, Edwards KJ, Lyons TW, eds. *Sulfur biogeochemistry –Past and present*. Special Paper 379, Geological Society of America, Boulder, Colorado, 2004, 49-62.

Shrihari J., Modak M., Kumar R., Gandhi K.S., Dissolution of particles of pyrite mineral by direct attachment of *Thiobacillusferrooxidans*. *Hydrometallurgy* 38, 1995, 175–187.

Smith D., Johnson K, Single-step purification of polypeptides expressed in *Escherichia coli* as fusions with glutathione S-transferase, [Volume 67, Issue 1](#), 15 July 1988, Pages 31-40

Torma A.E. The role of *Thiobacillus ferrooxidans* in hydrometallurgical processes. In: Ghose T.K., Fiechter A., Blakebrough N. (eds) *Advances in Biochemical Engineering*, Volume 6. *Advances in Biochemical Engineering*, vol 6. 1977, Springer, Berlin, Heidelberg

Tributsch H., Bennett J C., 1981. Semiconductor-electrochemical aspects of bacterial leaching. Part 1. Oxidation of metal sulphides with large energy gaps. *J ChemTechnolBiotechnol.* 31, 1981, 565–577.

Tuovinen, O.H. & Kelly, D.P. *Archiv. Mikrobiol.* (1973) 88: 285. <https://doi.org/10.1007/BF00409941>

BA Wills, J Finch - 2015 - Butterworth-Heinemann, *Wills' mineral processing technology: an introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery*