

UNIVERSITÉ D'ALGER  
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

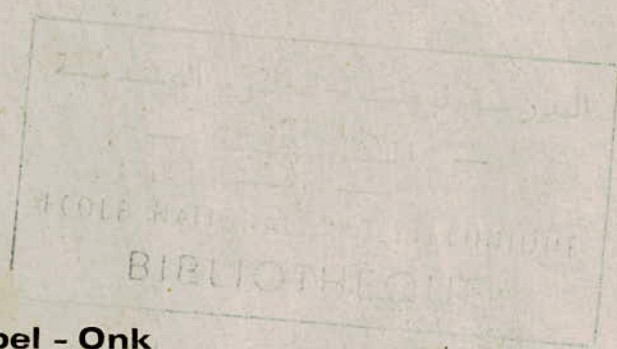
Département de Génie Chimique

6/71

1 ED

THESE DE FIN D'ETUDES ✓

ETUDE DE QUELQUES PROBLEMES  
CONCERNANT L'ENRICHISSEMENT PAR  
VOIE HUMIDE DU PHOSPHATE  
CALCINE DU DJEBEL - ONK



Proposé par

**Société du Djebel - Onk**

Dirigé par

**P. VERMANDE**

Etudié par : **M. H. TRIKI**

**Année Universitaire 1970 - 1971**

UNIVERSITE D'ALGER

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

ETUDE DE QUELQUES PROBLEMES  
CONCERNANT L'ENRICHISSEMENT PAR  
VOIE HUMIDE DU PHOSPHATE CALCINE  
DU DJEBEL - ONK

Projet de fin d'études

Soutenu par: M.H. TRIKI

devant la commission d'examen.

présidée par: VERMANDE Dr. es Sciences

examineurs: GIULIANI Ingénieur

MATTHEY Ingénieur

MOSTEFAI Ingénieur

1970-71

Que monsieur VERMANDE trouve ici  
l'expression de ma profonde gratitude  
pour toute l'aide et les judicieux conseils  
qu'il n'a cessé de me prodiguer, au  
cours de l'élaboration de ce projet.

TRIKI

# SOMMAIRE

I. INTRODUCTION	1
II. LAVAGE DU PHOSPHATE A L'EAU DE VILLE	3
III. MISE EN SUSPENSION DE LA CHAUX INFLUENCE DE PLUSIEURS CARBONATATIONS	5
A. CARBONATATION DIRECTE	6
B. CARBONATATION INDIRECTE	8
IV. ELIMINATION DE LA MAGNESIE	13
A. LAVAGE AVEC DES SOLUTIONS DILUEES D'ACIDE SULFURIQUE	13
B. LAVAGE AVEC DES SOLUTIONS DILUEES DE SULFATE D'AMON <sup>M</sup> NIUM	16
C. LAVAGE AVEC L'EAU DISTILLEE ET BARBOTAGE DE SO <sub>2</sub>	17
V. CONCLUSION	21



# I INTRODUCTION

Le minerai phosphaté de djebel-onk est constitué principalement de :

- Phosphate tricalcique (54%) sous forme de Fluorapatite
- Calcite et dolomie (20%) ( $\text{CaCO}_3$  et  $\text{CaCO}_3\text{-MgCO}_3$ )
- Silice et silicates dans les argiles de la gangue et dans le quartz
- Sulfates et chlorures alcalins (Na, K, chaux)

Pour être commercialisé sur le marché international ce minerai subit plusieurs traitements d'enrichissement (préparation mécanique, débourbage, calcination, lavage et séchage), qui permettent d'obtenir un produit marchand à haut titre en T.P.L. (triple phosphate of lime). Nous nous sommes intéressés exclusivement aux phénomènes qui se produisent au cours du lavage. On peut les résumer ainsi :

- \* Une dispersion des agrégats qui s'étaient formés à haute température, lorsque le produit chaud sera brusquement refroidi par immersion dans l'eau et peut être par éclatement de la carapace des nodules phosphates.
- \* Une dissolution des composés solubles et principalement des sels alcalins.

\* Une mise en suspension de la chaux sous forme de plusieurs composés de calcium peu solubles, grâce à une agitation importante.

Deux études ont déjà été consacrées à ces différents sujets (1) et (2)

Dans une première partie nous avons voulu répondre à deux interrogations subsistant après ces travaux.

a) Quelle est la concentration maximum des sels que nous pouvons obtenir par solubilisation? (la réponse a une grosse importance pratique pour calculer la quantité minimum d'eau à utiliser pour le lavage).

b) L'enrichissement du phosphate est-il plus efficace si l'on procède à plusieurs carbonatations?

Dans la deuxième partie de notre étude nous nous sommes intéressés au problème très spécifique de l'élimination de la magnésie. Sa présence dans le produit marchand, (1,2%) actuellement, est un gros handicap pour l'utilisation de ce phosphate en vue de la préparation de l'acide phosphorique.

## II - Lavage du phosphate de Djebel-Onk avec l'eau de ville.

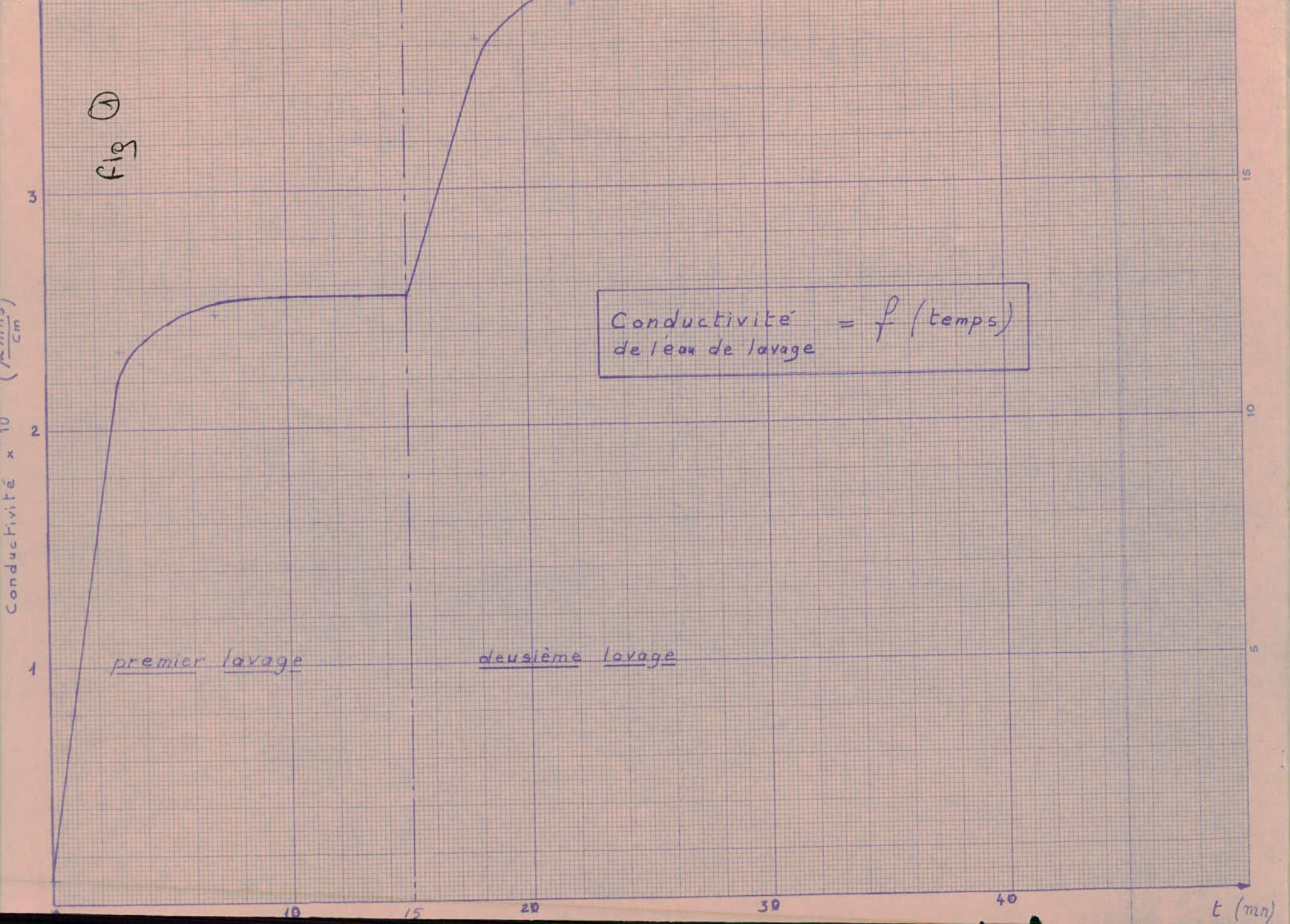
. Concentration maximum en sels dissouts ( $\text{CaO}$  et  $\text{SO}_3$ ) dans l'eau de lavage.

Après préparation mécanique, débouillage et calcination, le phosphate du Djebel-onk se présente sous forme de grains (70% Gros et 30% fins)

Pour effectuer le lavage, nous avons pris un échantillon de 500 gr de phosphate calciné soit 353,5 gr de gros et 146,5 gr de fins, que nous avons placé dans un becher de 2 litres. Nous avons ajouté 500 cc d'eau du robinet. Nous avons agité et suivi l'évolution de la conductivité de la solution avec le temps (voir graphique 1), jusqu'à arrivé à un palier, nous avons alors séparé l'eau du solide par décantation et avec la même eau, nous avons effectué le même essai sur un autre échantillon de 500 gr identique au premier (ceci tient lieu d'un recyclage de l'eau). Après le deuxième lavage l'eau est séparée par filtration, nous avons alors dosé  $\text{CaO}$  et  $\text{SO}_3$  et pesé les sels dissouts par différence entre l'eau de lavage et l'eau de ville.  $\text{Ca}^{2+}$  a été dosé par l'E.D.T.A. et  $\text{SO}_4^{2-}$  a été précipité sous forme de  $\text{BaSO}_4$ .



Fig ①





Remarques:

\* Le volume d'eau de lavage récupéré au terme du deuxième lavage est égal à 260 cc.

\* L'eau de lavage filtrée a été mise une semaine au repos: il s'est formé un dépôt de  $\text{CaSO}_4$ .

\* Les ions  $\text{Mg}^{2+}$  sont dosés avec  $\text{Ca}^{2+}$  par l'ED.T.A. ce qui entraîne une concentration en  $\text{CaO}$  faussée, mais nous pouvons négliger  $\text{MgO}$  devant  $\text{CaO}$  contenu dans l'eau de lavage, sa solubilité étant négligeable devant celle de la chaux.



$$K_{ps} = |\text{Mg}^{2+}| |\bar{\text{O}}\text{H}|^2 = 5 \cdot 10^{-12} \quad \text{or à } \text{pH} = 12 \Rightarrow |\bar{\text{O}}\text{H}| = 10^{-2}$$

$$\text{d'où } |\text{Mg}^{2+}| = \frac{5 \cdot 10^{-12}}{10^{-4}} = 5 \cdot 10^{-8} \quad (\text{moles.litre}^{-1})$$

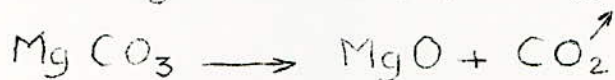
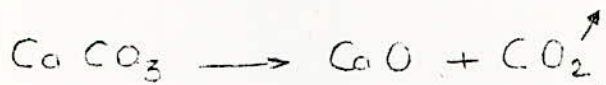
Comparaison des résultats avec ceux de Venot-Pic(4)

	Résultats trouvés	Résultats de Venot-Pic
Sels dissouts ( $\frac{\text{g}}{\text{litre}}$ )	35,6	33,8
$\text{CaO}$ ( $\frac{\text{g}}{\text{litre}}$ )	00,82	1,62
$\text{SO}_3$ ( $\frac{\text{g}}{\text{litre}}$ )	21,35	15,46

### III Mise en Suspension de la chaux

#### Influence de plusieurs carbonatations sur le lavage

Lors de la calcination à  $920^{\circ}\text{C}$  deux réactions s'effectuent :



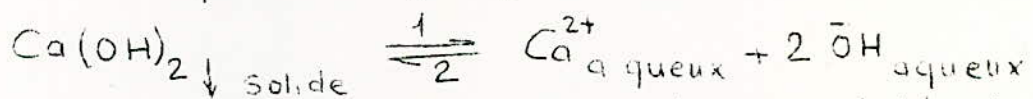
Le composé  $\text{CaO}$  qui ne s'est pas recombéné pour former des composés tels que les silicates par exemple est appelé "chaux libre"

En présence d'eau la réaction d'extinction se produit rapidement :



L'hydroxyde de calcium a une aspect flocculé très léger, sa densité (2,24) lui permet de se séparer de l'apatite ( $d=3,14$ ) dans un lavage à contre courant ou dans une solution agitée mécaniquement

D'autre part  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  se dissocie faiblement :



Ce qui explique que ce composé soit peu soluble 1,13 à 1,25 (g/e). Mais sa dissolution permet à d'autres composés du calcium de précipiter :





La densité de la calcite (2,71) lui permet de ne pas se mélanger avec le phosphate dans les conditions d'agitation de l'installation industrielle. Une très faible proportion des ions  $\text{CO}_3^{2-}$  provient de la maille opatitique, la plus grande partie résulte du barbotage de  $\text{CO}_2$  dans la solution. La réaction est pratiquement totale dans le sens de la formation de  $\text{CaCO}_3 \downarrow$ .



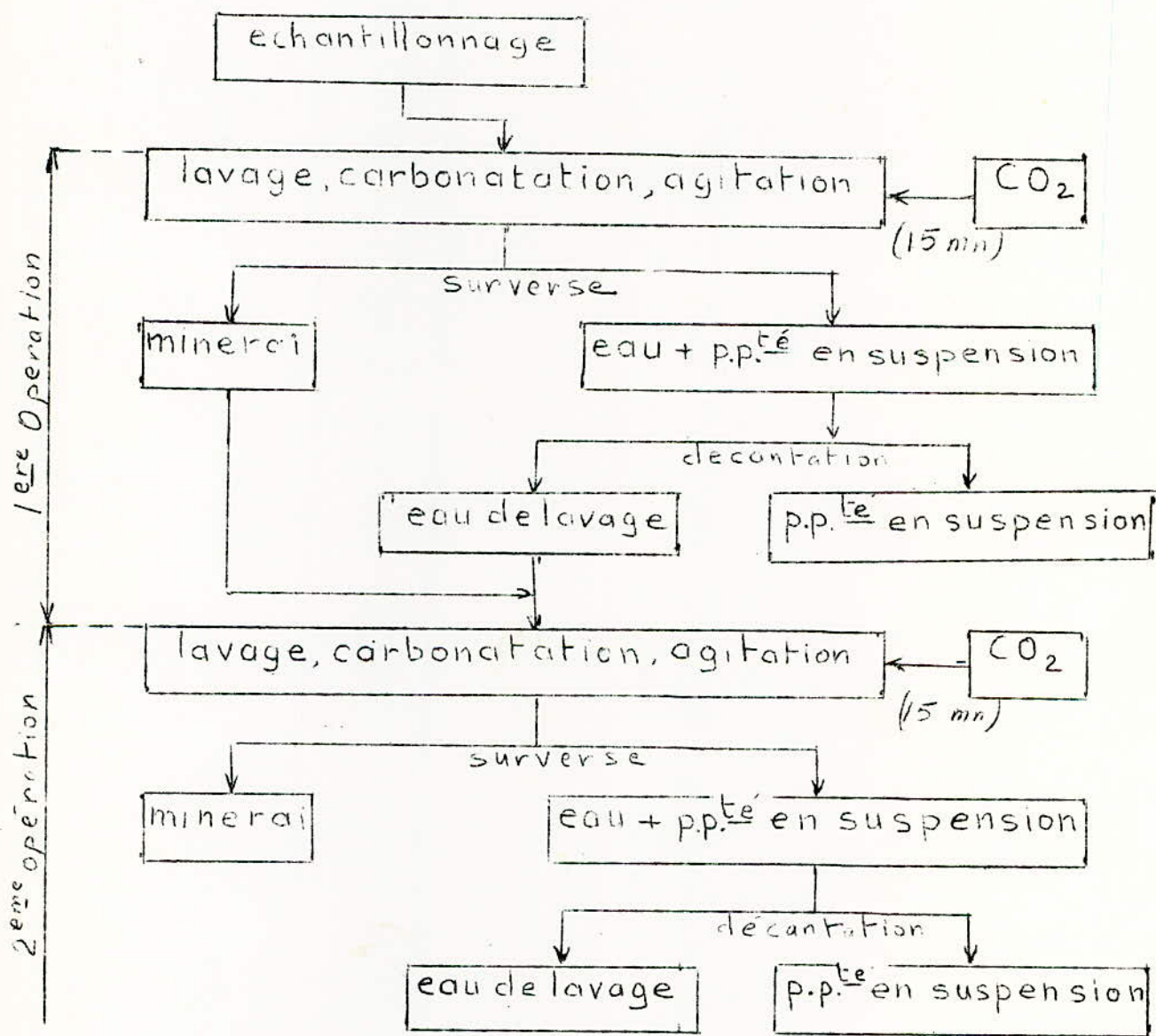
Le gypse est assez léger ( $d = 2,32$ ) les ions  $\text{SO}_4^{2-}$  proviennent des sulfates alcalins contenus dans le minerai.

## A - CARBONATATION DIRECTE

(l'essai est effectué dans un bain thermostaté à  $T = 45^\circ\text{C}$ )

500 gr d'échantillon sont malaxés avec 500 cc d'eau de ville à l'aide d'un agitateur pendant 15 mn. On envoie dans le mélange (boue) un courant de  $\text{CO}_2$  pendant toute la durée de l'expérience. L'eau contenant du  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CaSO}_4$  et  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  en suspension est séparée du minerai par surverse puis on laisse décanter. Après élimination de la phase solide elle est réutilisée (recyclée) pour des lavages successifs accompagnés de carbonatations directes

sur le même échantillon. Après chaque lavage et carbonatation un échantillon de 20 gr de minerai est prélevé pour analyse ainsi que le précipité en suspension recueilli. A la fin de l'essai un dosage des sels dissouts dans l'eau de lavage est nécessaire

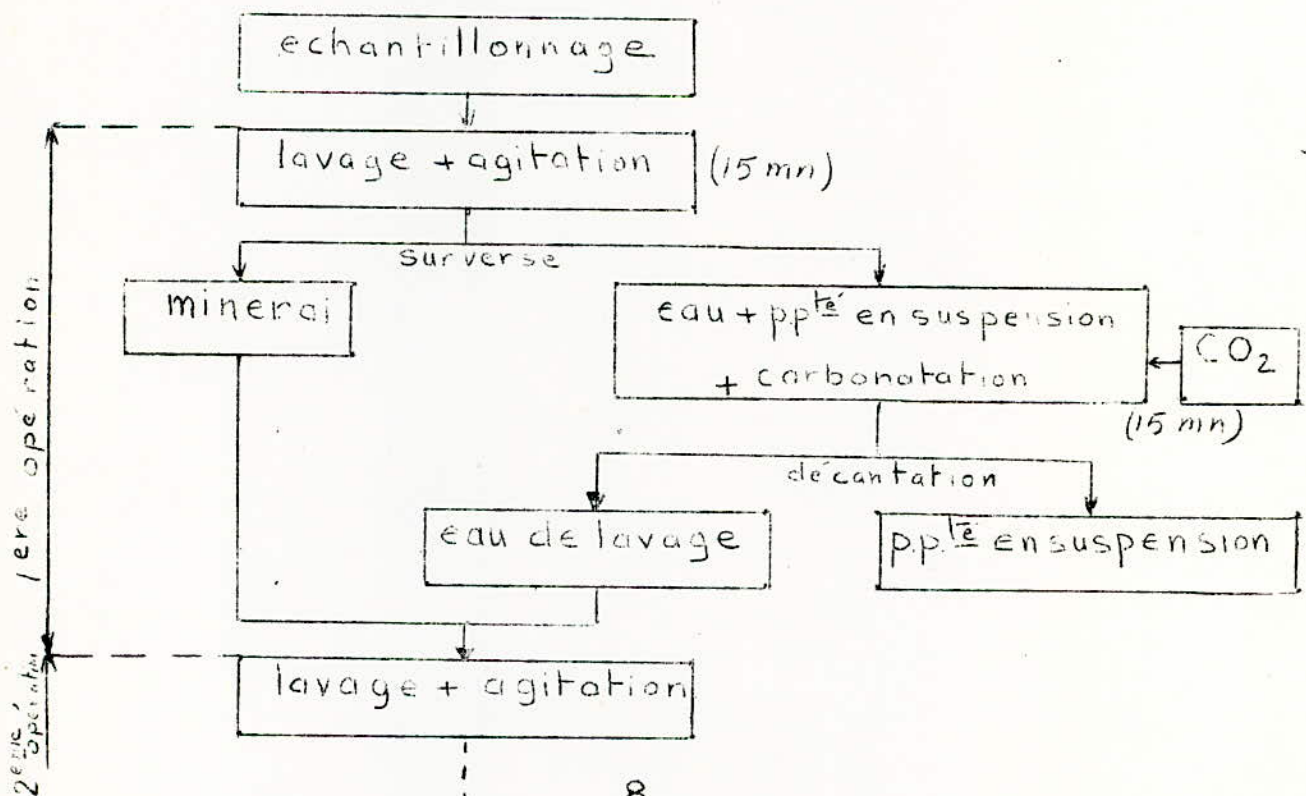




## B - CARBONATATION INDIRECTE

(l'essai est effectué dans un bain thermostaté à 45°C)

Dans cette série de manipulations le barbotage de  $\text{CO}_2$  s'effectue non pas dans le mélange minéral-eau mais dans la solution obtenue après séparation de l'eau contenant les précipités en suspension. Le lavage 15 minutes ainsi que le barbotage de  $\text{CO}_2$ . Nous effectuons les mêmes prélèvements (échantillons de minéral et précipités en suspension après chaque lavage et carbonatation), ainsi que l'eau à la fin de l'essai pour analyses. Pour compenser la perte d'eau par évaporation 100 cc d'eau de ville ont été ajoutés au cours de l'essai. Le volume récupéré à la fin de chacun des deux essais est voisin de 400 cc.



Nous avons rassemblé tous les résultats dans les tableaux d'analyse d'échantillons de minerai et de précipités en suspension. Nous désignons par P le précipité en suspension recueilli et par R l'échantillon de minerai prélevé, après chaque lavage et carbonatation. L'indice est formé de 3 chiffres. Le chiffre des centaines désigne la carbonatation { directe 1  
indirecte 2

Le chiffre des dizaines désigne le <sup>nombre</sup> de lavage et carbonatation effectué

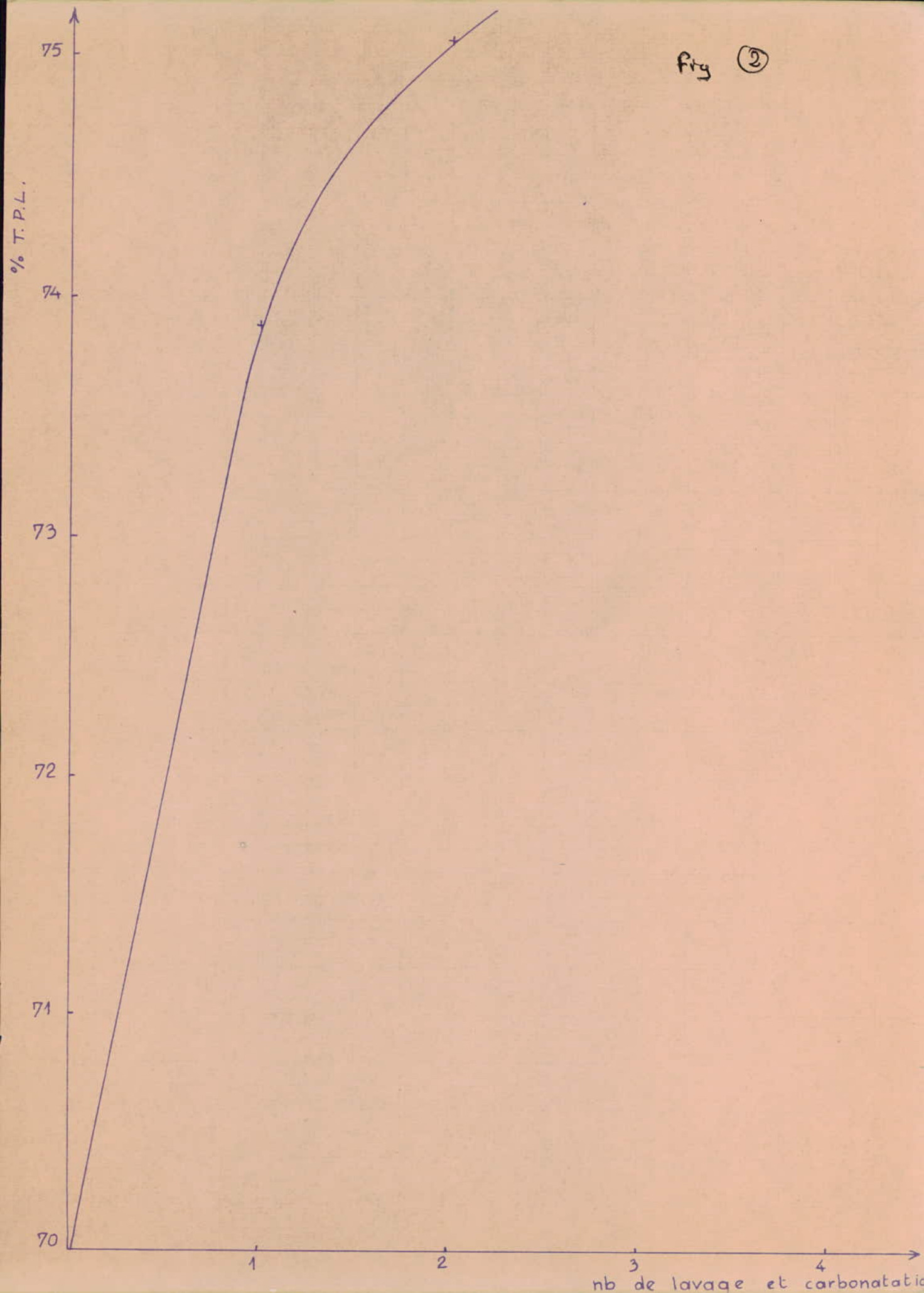
Le chiffre des unités désigne l'essai (dans le cas de la carbonatation directe, nous avons effectué deux essais)  
g) échantillons de minerai

	T.P.L.	SO <sub>3</sub>	CO <sub>2</sub>	M.S.	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	MgO	CaO libre
R000	171	3,16	2,85	1,98	0,83	0,09	1,72	—
R121(2)	75,1	2,3	2,00	1,70	0,74	0,05	1,2	0,3
R221	75,3	2,3	2,30	1,60	0,81	0,05	1,2	0,5
R141(2)	75,5	2,3	2,30	1,70	0,74	0,05	1,2	0,3
R241	75,4	2,3	2,30	1,90	0,77	0,06	1,2	0,4

Les deux types de carbonatation donnent des résultats pratiquement identiques et dans les deux cas après la deuxième opération (carbonatation et lavage)



Fig (2)



nous arrivons à un pourcentage en T.P.L. satisfaisant (75 à 75,3 %) (voir fig 2). Les deux dernières opérations (lavage et carbonatation) nous mènent à un minéral de 75,5% en T.P.L., ce qui correspond à environ 0,3% de gain en T.P.L. seulement. Alors qu'au terme des deux premières opérations le gain est d'environ 4,2% en T.P.L.. Les deux dernières opérations ne sont pas rentables. Elles sont à supprimer. D'autre part il est certain qu'une carbonatation directe est plus facilement réalisable qu'une carbonatation indirecte et le gain en temps appréciable (double pour la carbonatation indirecte)

b) Précipités en suspension.

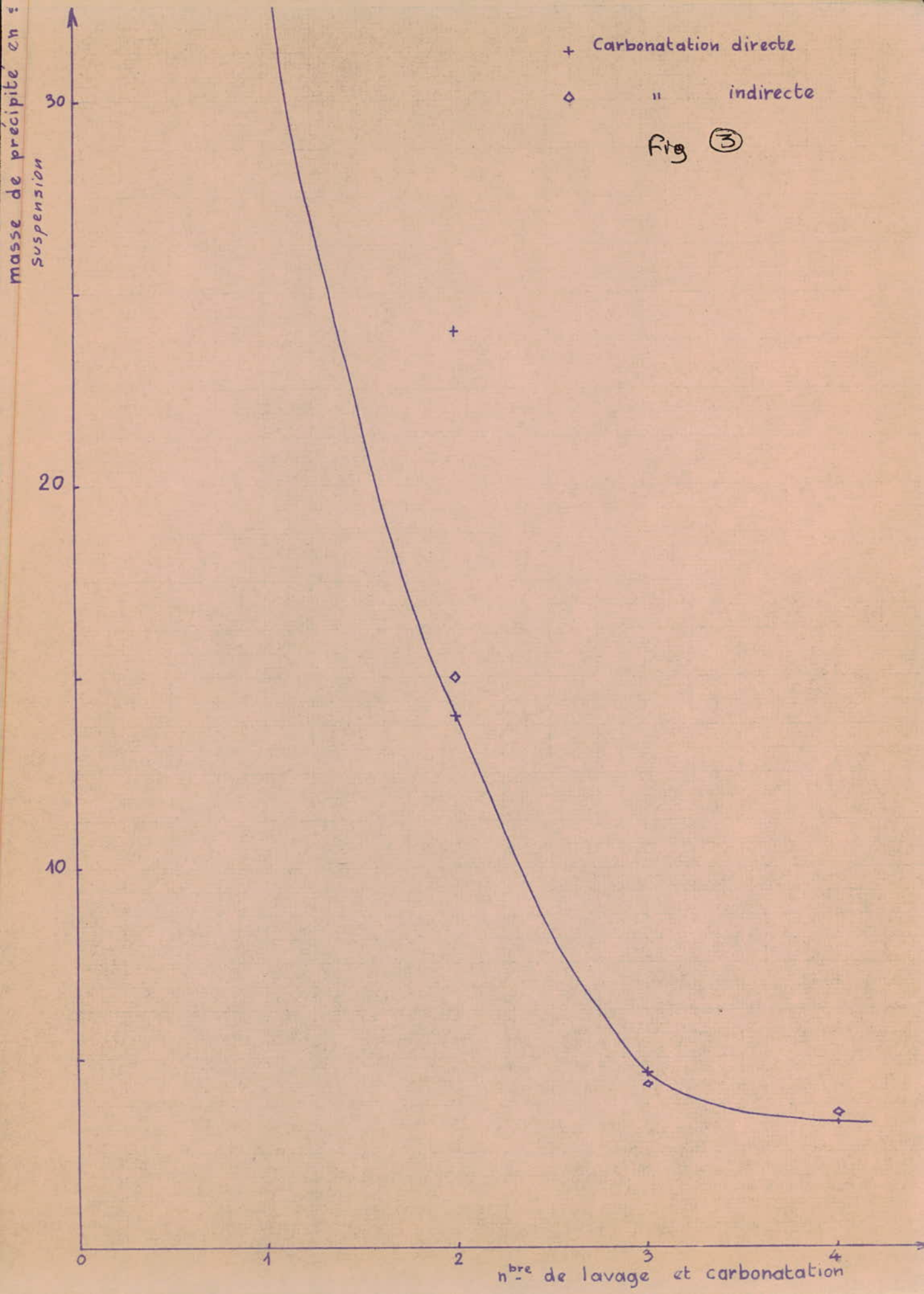
Pour une lecture plus facile nous avons reporté les résultats sur trois graphes:

Figure 3 :

operations	1	2	3	4
% en poids de ppt <sup>e</sup> en suspension (sans tenir compte du CO <sub>2</sub> comb. no)	6,9	2,8	0,9	0,66

Nous pouvons constater qu'au bout de la deuxième opération 9,7% en précipité en suspension, dont la majeure partie est composée de stériles, sont recueillis alors que les deux dernières opérations éliminent 1,56% de précipité en suspension seulement. Ceci





confirme que les deux dernières opérations sont inutiles.

Figure 4:

- La teneur en phosphate augmente à chaque nouvelle opération. Ceci est dû au fait qu'il y a de moins en moins de  $\text{CaCO}_3$  qui se forme et toujours un peu de phosphate qui reste en suspension, donc la proportion en T.P.L. augmente.

- La teneur en sulfate de calcium reste faible. Elle augmente légèrement pour les mêmes raisons que ci-dessus, de plus ce sel précipite lentement et sa teneur augmente avec le nbre de carbonatation et lavage, c'est à dire avec le temps de lavage.

Figure 5:

Ces résultats sont importants car ils nous montrent que la concentration des sels alcalins est plus forte dans ces précipités que dans le produit de départ. Sans oublier qu'il y a aussi élimination par solubilisation dans l'eau de lavage.

Ces résultats d'analyse des précipités en suspension confirment le fait qu'au bout de deux lavages et carbonatations l'élimination de la chaux devient très peu importante et l'entraînement de



Fig (4)

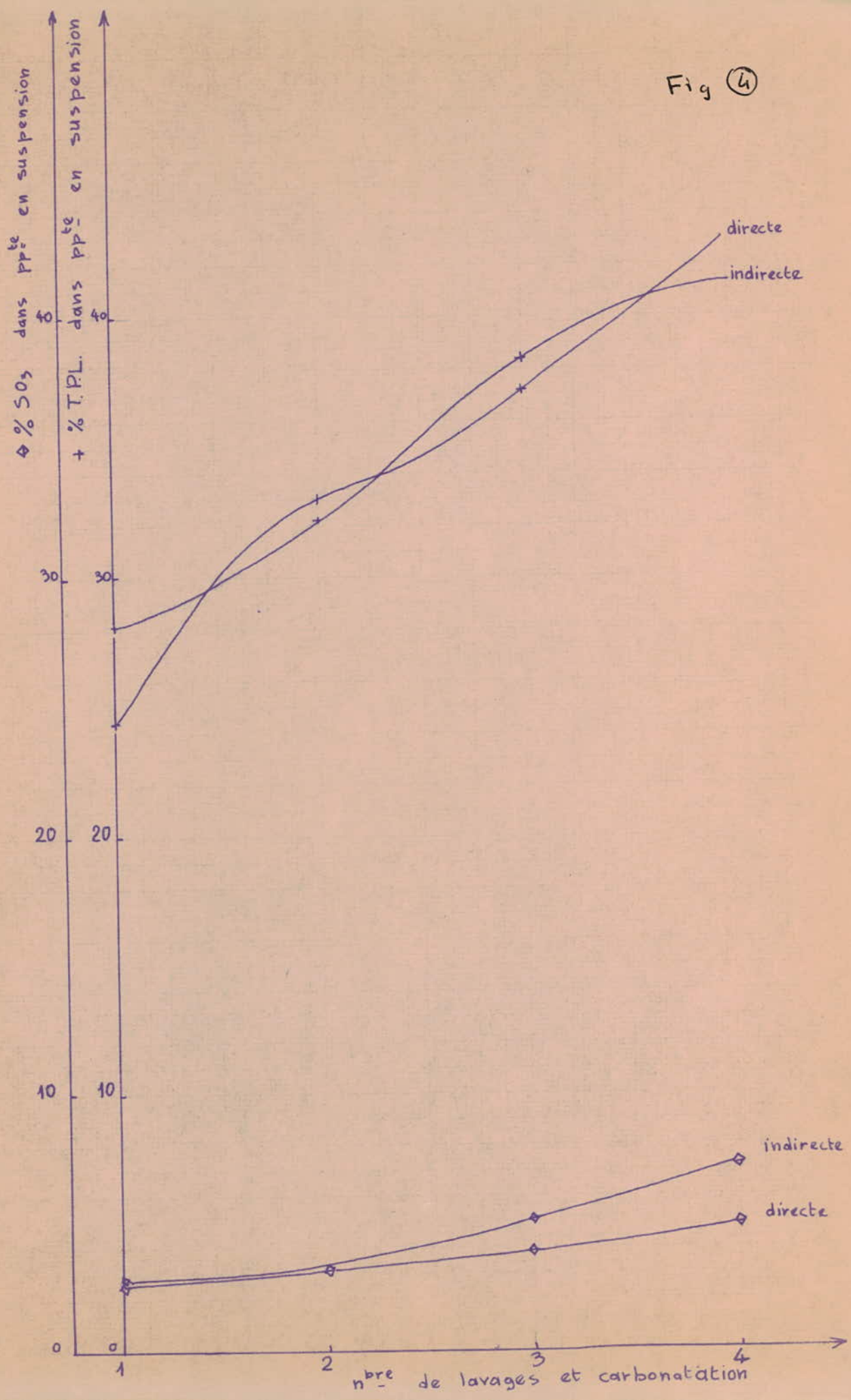


Fig ⑤

Δ %  $K_2O$  dans pp<sup>te</sup> en susp.  
+ %  $Na_2O$  dans pp<sup>te</sup> en susp.

2

1

Indirecte

directe

indirecte

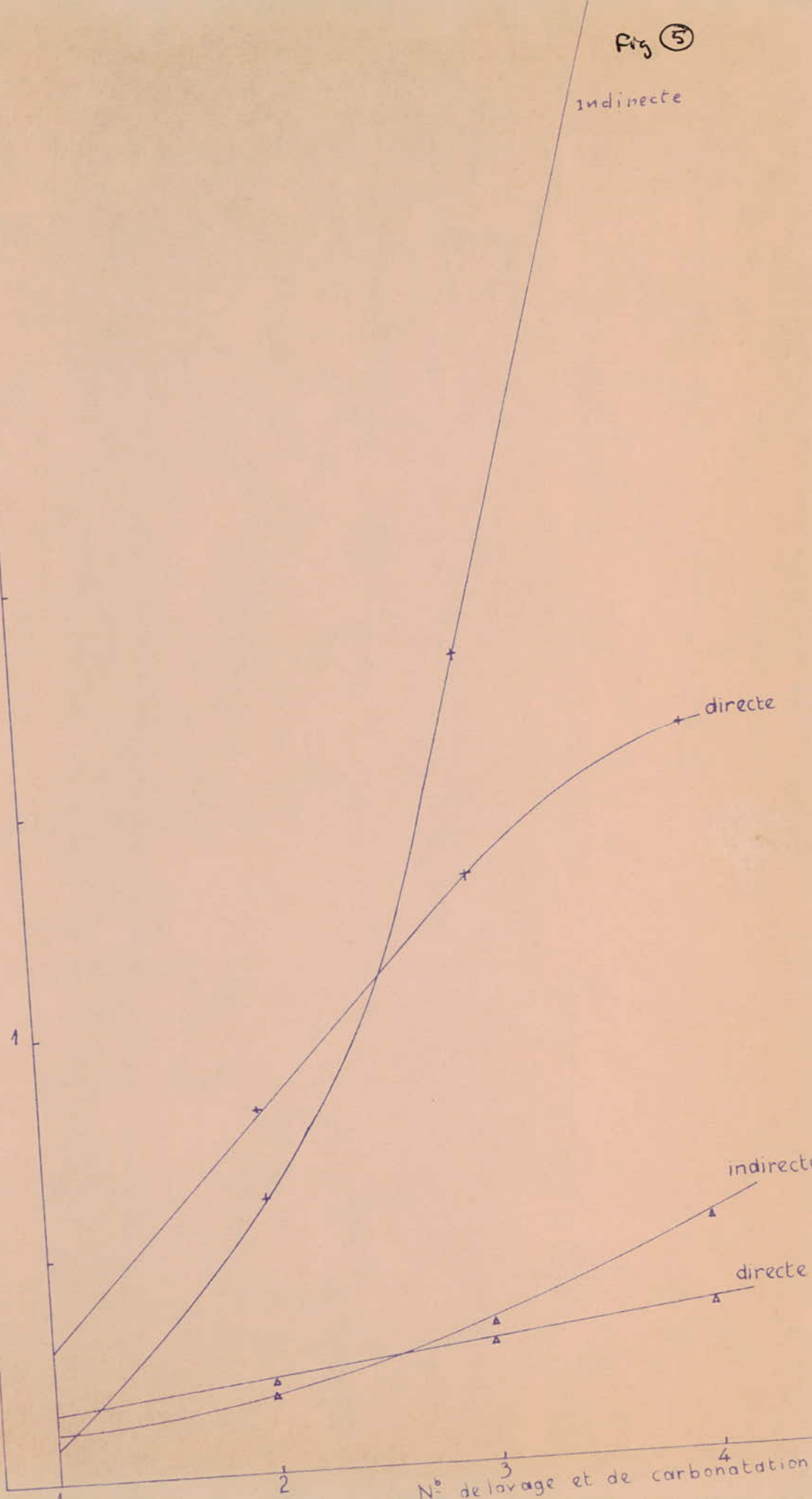
directe

N<sup>o</sup> de lavage et de carbonatation

2

3

4





phosphate tricalcique par surverse devient relativement grand (perte de  $P_2O_5$ ), puisque nous arrivons au bout du quatrième lavage et carbonatation à un précipité en suspension contenant environ 43% en T.P.L..

En conclusion nous pensons qu'une double carbonatation directe et lavage avec recyclage de l'eau nous mènerait à un produit marchand contenant 75% en T.P.L..

pp <sup>tes</sup>	m. (gr)	T.P.L.	SO <sub>3</sub>	CO <sub>2</sub>	M.S.	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO libre
P <sub>111</sub>	34,13	24,5	2,2	22,7	1,7	0,16	0,13	0,1
P <sub>112</sub>	35,00	24,3	2,8	22,9	1,8	0,43	0,16	0,2
P <sub>121</sub>	12,10	28,7	3,4	22,7	1,6	0,75	0,20	0,3
P <sub>122</sub>	15,88	27,3	2,9	19,0	1,6	0,89	0,23	0,3
P <sub>131</sub>	4,32	32,4	4,0	20,3	—	1,70	0,34	0,4
P <sub>132</sub>	4,87	40,0	3,7	15,8	—	0,94	0,21	0,4
P <sub>141</sub>	3,30	36,4	6,1	16,1	—	2,13	0,41	0,7
P <sub>142</sub>	3,33	49,6	3,7	12,0	—	1,13	0,26	0,5
P <sub>211</sub>	33,70	28,1	2,7	19,0	1,9	0,08	0,10	0,6
P <sub>221</sub>	15,00	32,2	3,2	14,9	1,5	0,62	0,18	0,3
P <sub>231</sub>	4,40	38,4	5,1	21,0	1,6	1,81	0,32	0,6
P <sub>241</sub>	3,50	41,2	7,2	15,3	—	3,59	0,53	0,8

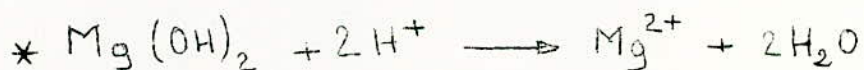
#### IV - ELIMINATION DE LA MAGNESIE DU PHOSPHATE DU DJEBEL-ONK

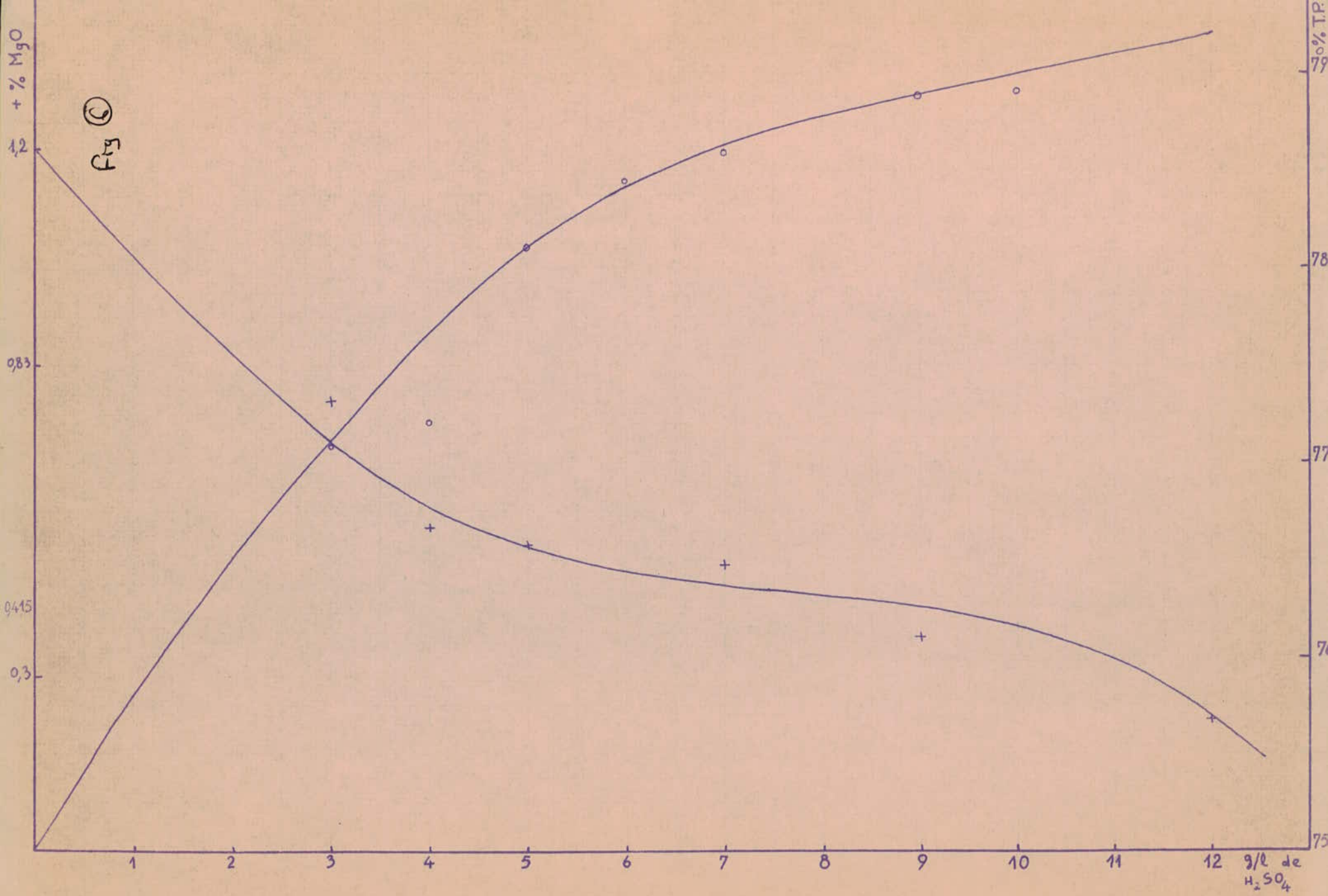
Après débouillage, calcination, lavage et carbonatation, le phosphate du Djebel-Onk contient environ 1,2 % de magnésie. Celle-ci pose de grands problèmes surtout dans la fabrication de l'acide phosphorique si son pourcentage en poids est supérieur à 0,3 (3). Nous nous sommes alors proposés de réduire la teneur en magnésie du phosphate Djebel-Onk en nous inspirant du rapport de recherche de A. R. Rule, W. G. Gruzensky et W. A. Stickney (3), et ceci par lavages acides. Nous avons effectué des essais avec trois acides différents :

- \* Lavage avec des solutions diluées d'acide sulfurique
- \* Lavage avec des solutions diluées de sulfate d'ammonium
- \* Lavage à l'eau distillée et barbotage de  $SO_2$

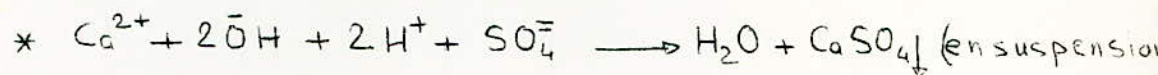
A - Lavage avec des solutions diluées d'acide sulfurique.

Les réactions qui vont avoir lieu lors du lavage avec l'acide sulfurique sont principalement :







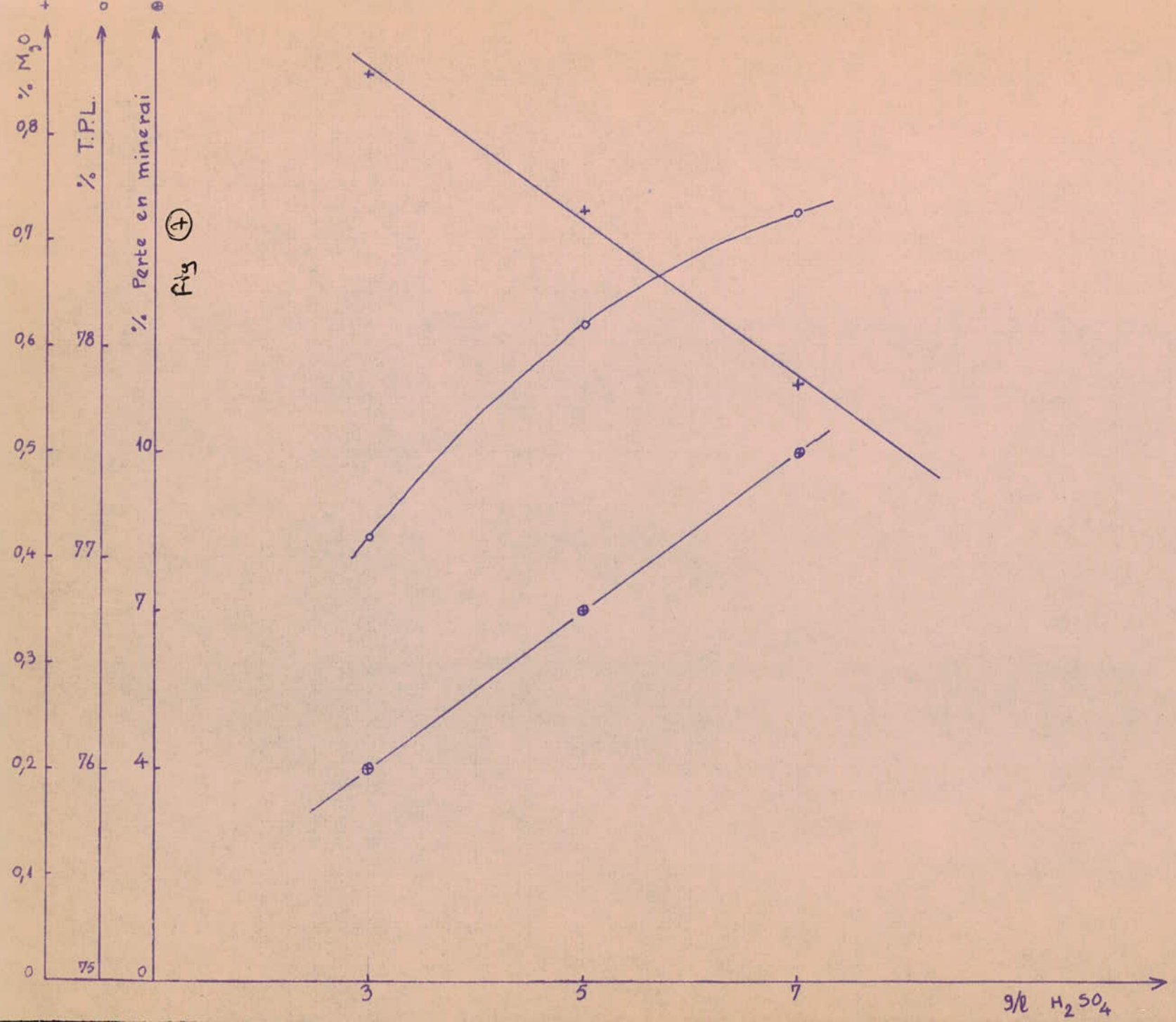


Les essais ont tous été effectués à  $T=40^\circ\text{C}$  sur 20 gr de minerai débourbé, calciné, lavé et carbonaté d'environ 75 % en T.P.L.. Le lavage a été effectué pendant 30 minutes avec 200 cc de solutions diluées d'acide sulfurique dont la concentration est mentionnée sur le graphique 6. (de 0 à 1,2 (gr/l) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Il nous a semblé que les concentrations les plus favorables (réduction du titre en  $\text{MgO}$  suffisante, perte en  $\text{P}_2\text{O}_5$  pas trop élevée), étaient comprises entre 3 et 7 (gr.litre<sup>-1</sup>) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (voir graphiques 7 et 8).

Solutions gr/litre	% $\text{MgO}$	perte % $\text{P}_2\text{O}_5$	% T.P.L.
0	1,2	0	75
3	0,85	0,1	77,1
5	0,75	1,15	78,1
7	0,57	2	78,6

Nous pouvons constater qu'un lavage avec une solution d'acide sulfurique de 7 (gr/litre), c'est à dire 7 gr de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pour 100 gr de minerai, nous mène à un minerai de 78,6 % en T.P.L. et 0,57 % en  $\text{MgO}$  ce qui correspond à la moitié de la teneur en  $\text{MgO}$  de l'échantillon.

Fig ④



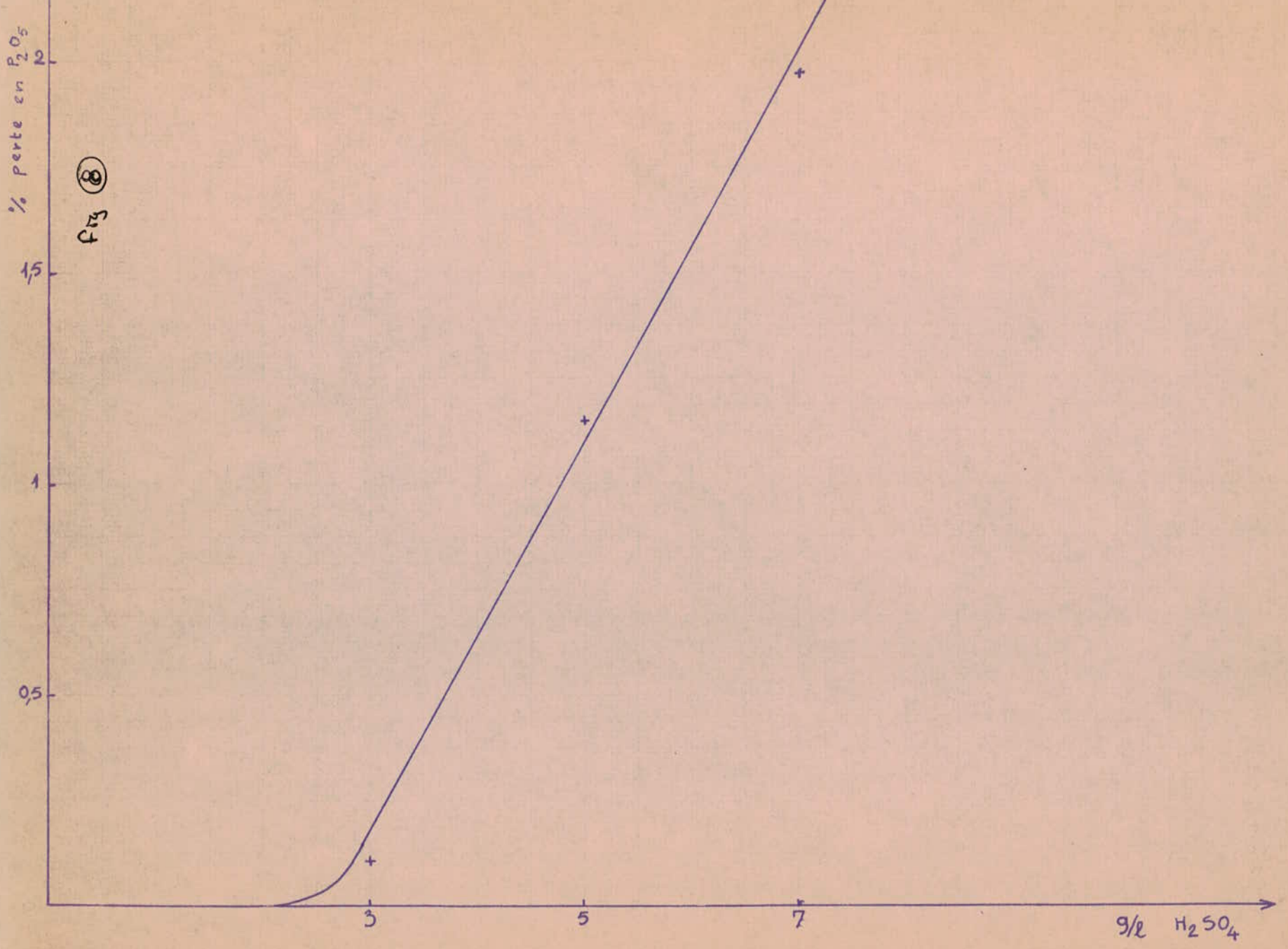
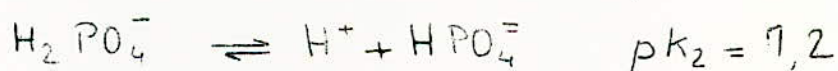
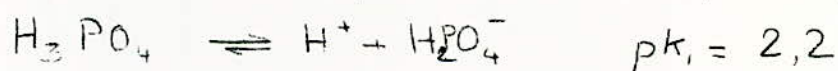


Fig 8



- tillon de départ. Ceci pourrait être considéré comme un bon résultat, s'il n'y avait une perte de 2% en  $P_2O_5$ . Cette perte va en augmentant si la concentration en acide augmente dans les solutions de lavage. Nous pensons qu'un lavage avec des pertes supérieures à 2% de  $P_2O_5$  ne serait plus rentable.

Ces résultats sont conformes aux prévisions théoriques qu'on pouvait faire sachant que  $H_2SO_4$  étant un acide fort neutralise les bases telles que  $Ca(OH)_2$  et  $Mg(OH)_2$  en formant le sulfate de magnésium  $MgSO_4$  soluble et le gypse  $CaSO_4$  précipité en suspension. La réaction de l'acide avec le phosphate tricalcique s'effectue dans le sens de la formation du gypse et de l'acide phosphorique (ce qui explique la perte en  $P_2O_5$ )

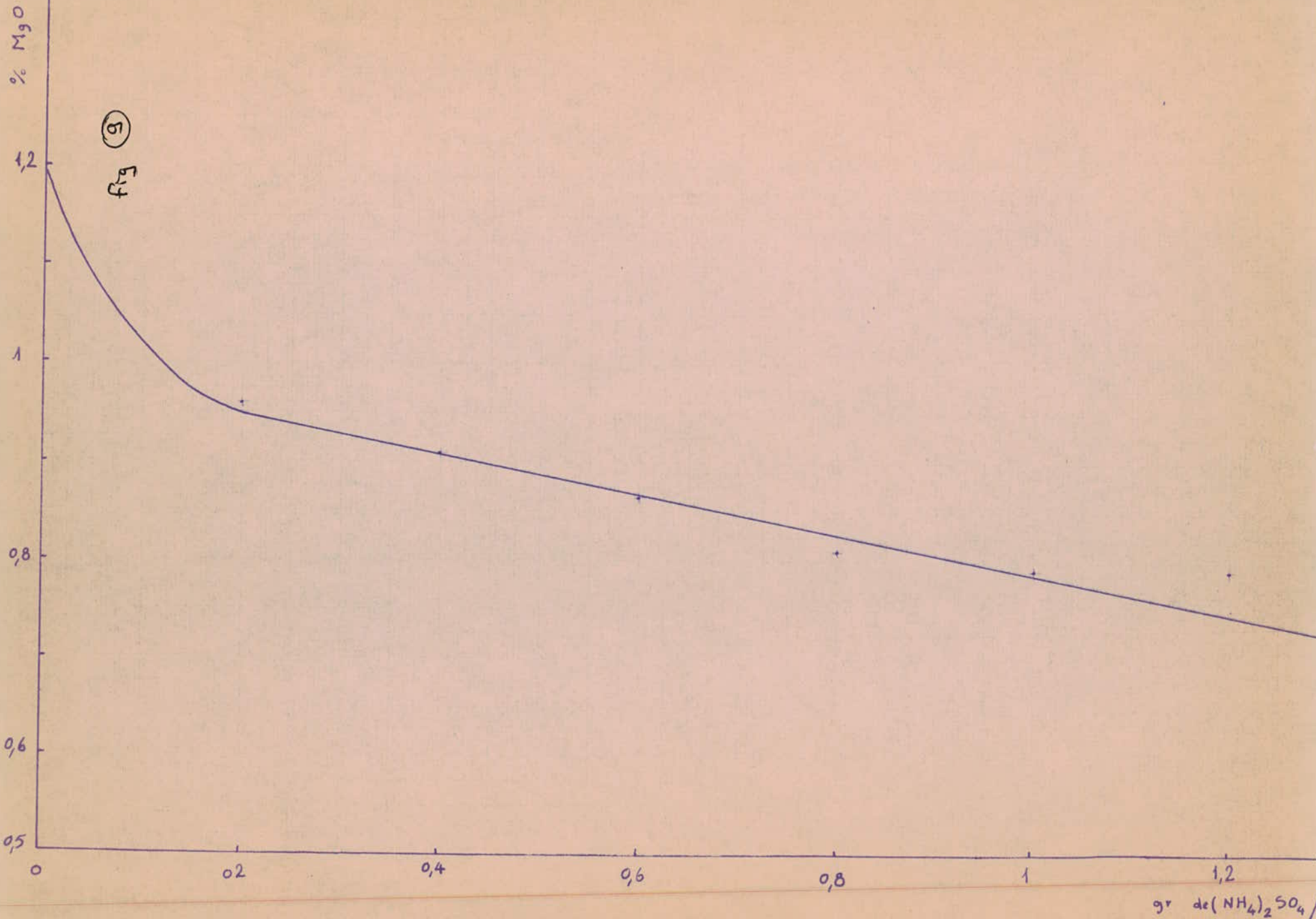


D'autres essais ont été effectués pour étudier la réduction du pourcentage en magnésium en fonction du temps de lavage avec une solution de concentration constante en  $H_2SO_4$ . Nous avons pu déduire qu'au bout de dix minutes l'équilibre était atteint pour des solutions diluées de  $H_2SO_4$  allant jusqu'à 7 (g/litre).

## B. Lavage avec des solutions diluées de sulfate d'ammonium.

Au cours de ce lavage l'ion ammonium  $\text{NH}_4^+$ , acide très faible,  $\text{NH}_4^+ \rightleftharpoons \text{NH}_3 + \text{H}^+$   $pK = 9,2$  va neutraliser la magnésite et la chaux qui seront éliminées comme dans le lavage précédent sous forme de sulfate soluble de magnésium et sulfate de calcium (gypse) précipité en suspension. La réaction de dissolution du  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  devrait être très peu importante par le fait que la 1<sup>ère</sup> et deuxième acidité de l'acide phosphorique (effectifs ci-dessus) sont plus fortes que celle de  $\text{NH}_4^+$ ; et l'équilibre est orienté vers la formation de  $\text{NH}_4^+$  à  $\text{pH} < 9,2$ . Pour les pH auxquels nous travaillons il y aura formation de  $\text{HPO}_4^{=}$

Les essais ont tous été effectués à  $T = 100^\circ\text{C}$  sur 20 gr de minerai déboulé, calciné, lavé et carbonaté d'environ 75% en T.P.L.. Le lavage a été fait avec 200 cc d'eau distillée, contenant de 0,2 à 1,4 gr de  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  technique comme mentionné sur le graphique: 9, pendant 30 minutes.

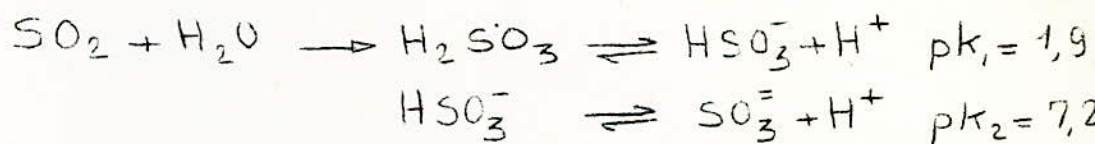




gr de $(NH_4)_2SO_4$ par 20 gr mine- rai.	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1	1,2	1,4
% T.P.L.	75	75,01	76,28	76,28	76,30	76,48	76,62	76,4
% MgO	1,2	0,96	0,91	0,865	0,81	0,79	0,79	0,71
perte % $P_2O_5$	0	0	0	0	0	0	0	0

Les résultats sont conformes aux prévisions théoriques que nous avons faites sachant que  $NH_4^+$  est un acide faible. On devrait utiliser des solutions beaucoup plus concentrées de sulfate d'ammonium dans le lavage pour arriver à neutraliser la presque totalité de la magnésie et réduire son pourcentage à des valeurs inférieures à 0,3. La perte en % de  $P_2O_5$  n'est pas à craindre, mais le prix de revient du sulfate d'ammonium est élevé (environ 40 dollars/tonne).

C - Lavage avec l'eau distillée et barbotage de  $SO_2$



L'acide sulfureux, de force intermédiaire entre  $H_2SO_4$  et  $NH_4^+$ , va nous conduire à une meilleure réduction du pourcentage en MgO que celle observée dans le cas de l'ion ammonium  $NH_4^+$ . D'autre part son acidité étant de même

ordre que celle de l'acide phosphorique, les pertes en  $P_2O_5$  seront moins élevées que celles observées par lavage à l'acide sulfurique.

Les essais ont été effectués à température ambiante (environ  $15^\circ C$ ) sur 20 grammes d'échantillon débourbé, calciné, lavé et carbonaté d'environ 75% en T.P.L. Le lavage a été fait avec 200 cc d'eau distillée traversée par un courant de  $SO_2$  de débit connu, sensiblement constant. Nous varions la quantité de  $SO_2$  utilisé en jouant sur le temps de barbotage et agitation. Avant et après l'essai nous effectuons une mesure de débit et nous déduisons la valeur moyenne. La mesure du débit est faite par neutralisation de 10 cc de NaOH (N) par le courant de  $SO_2$  sous les mêmes conditions d'agitation, de pression (1 atmosphère) et de température (ambiante) que le lavage proprement dit. Le temps de neutralisation est relevé et le débit est calculé.



t (mn)	5	10	15	20	40
D (eq. s <sup>-1</sup> )	0,6875.10 <sup>4</sup>	0,683.10 <sup>4</sup>	0,683.10 <sup>4</sup>	0,697.10 <sup>4</sup>	0,714.10 <sup>4</sup>
n (eq) utilisees	20,6.10 <sup>3</sup>	41.10 <sup>3</sup>	61,5.10 <sup>3</sup>	83,8.10 <sup>3</sup>	128,5.10 <sup>3</sup>
n' (moles) utilisees	10,3.10 <sup>3</sup>	20,5.10 <sup>3</sup>	30,75.10 <sup>3</sup>	41,8.10 <sup>3</sup>	64,25.10 <sup>3</sup>
m (gr) utilisees	0,66	1,312	1,97	2,68	4,11
% T.P.L.	77,1	78,0	78,4	78,8	79,4
% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	35,30	35,7	35,9	36,1	36,4
% CaO	55,2	55,4	56,1	55,9	56,5
$\frac{CaO}{P_2O_5}$	1,56	1,55	1,56	1,55	1,55
% Mg	0,3	0,22	0,16	0,115	0,095
% MgO	0,498	0,365	0,266	0,194	0,158
% Poids perdus	5,95	6,60	8,70	9,95	14,85
% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> perdus	1,19	0,985	1,6	1,87	3,24

SO<sub>2</sub> for 20 gr Phosph

Les résultats sont conformes aux prévisions théoriques cités précédemment. En effet nous pouvons remarquer qu'avec un débit de  $0,6875 \times 10^4$  (eq. s<sup>-1</sup>) et un temps de barbotage et agitation de 5 minutes, ce qui équivaut à 33 gr de SO<sub>2</sub> pour 1 kg de minerai nous obtenons un pourcentage en MgO de 0,5 et en T.P.L. de 77 avec tout de même une perte assez élevée en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (1,19 %). Le deuxième essai paraît être le plus intéressant (65,5 gr<sub>2</sub>/kg de minerai). Il correspond à une perte en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (1%) sensiblement la même que pour



Fig (6)

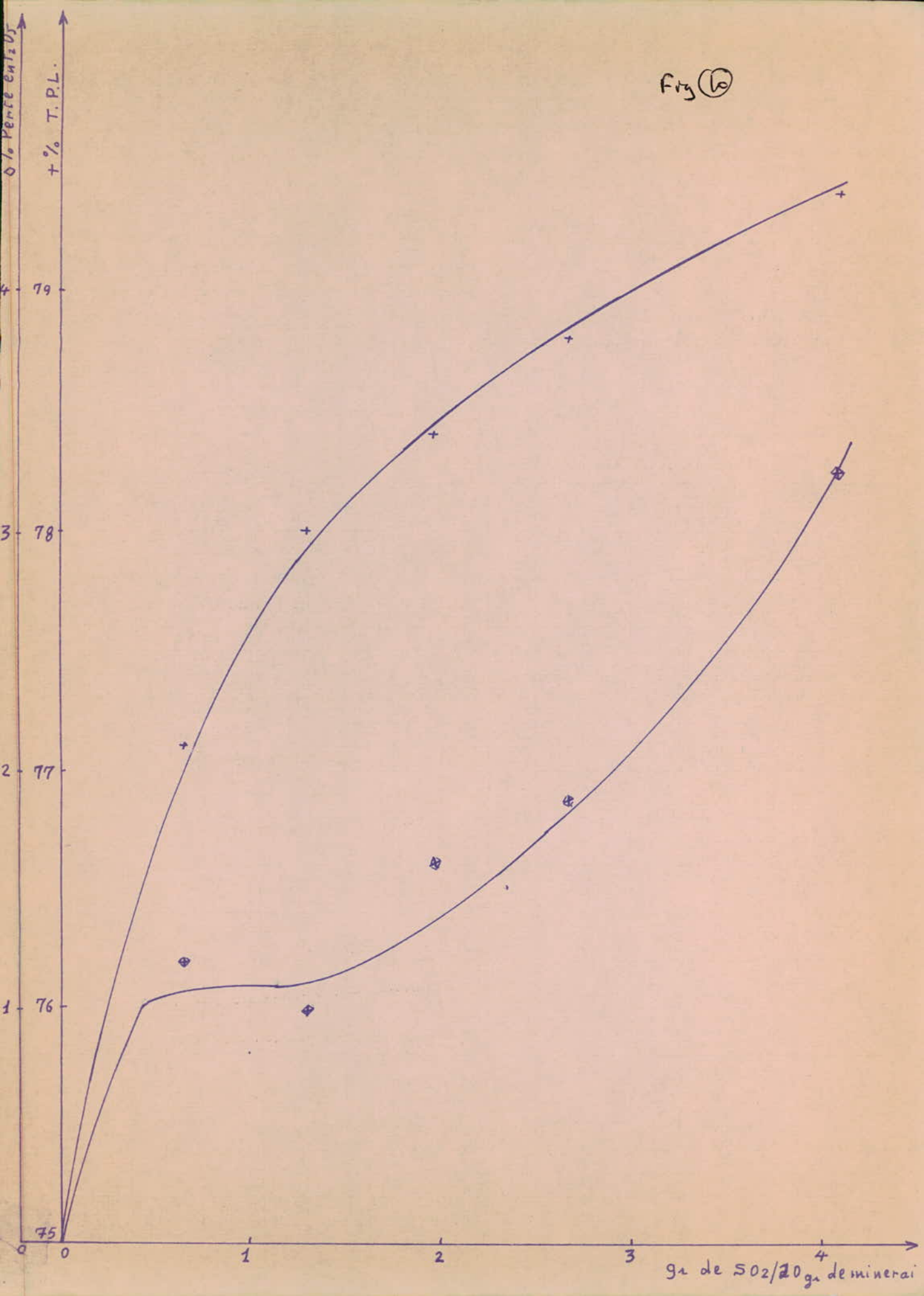
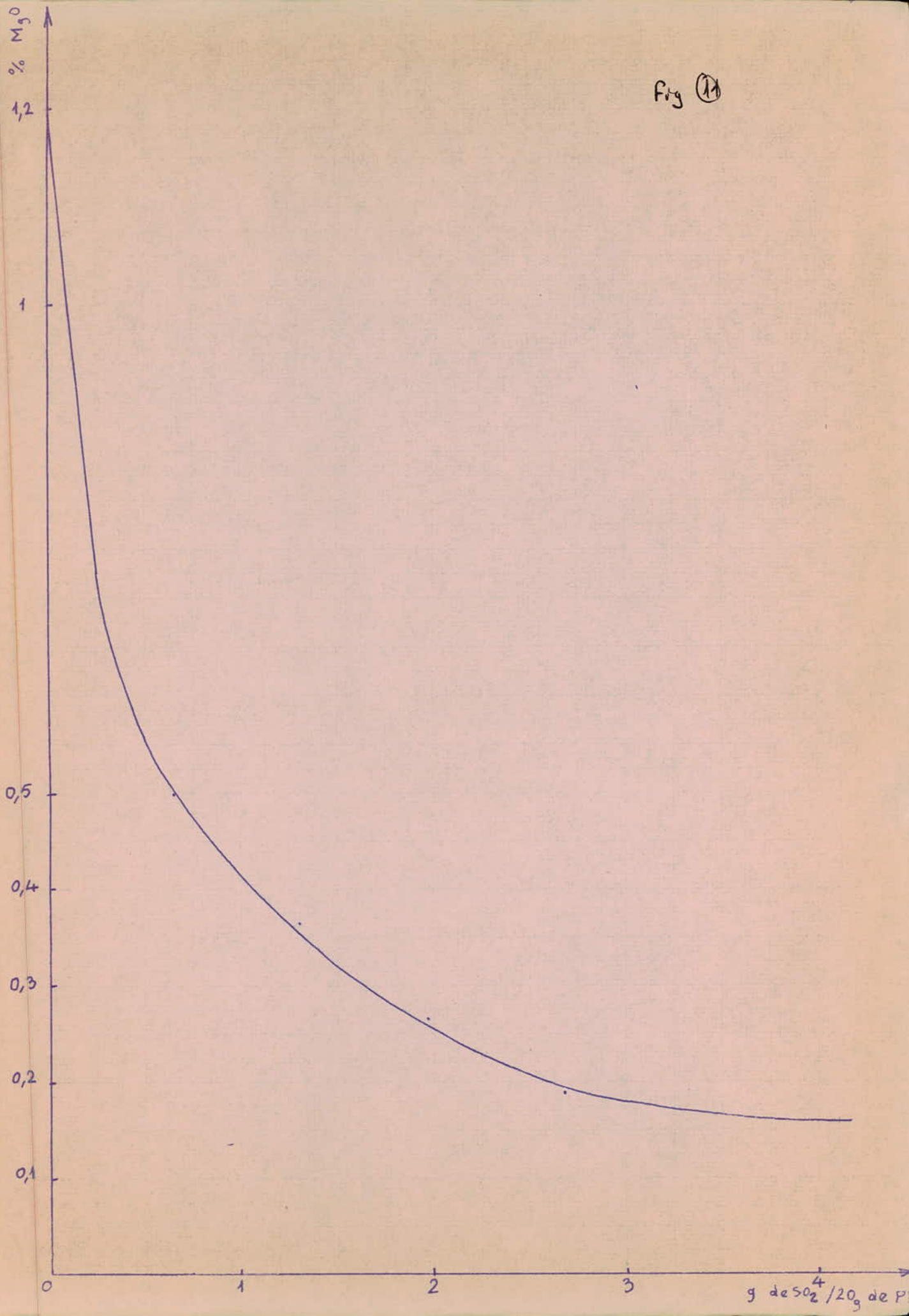


Fig ①



Le premier essai et le minerai obtenu a des caractéristiques beaucoup plus intéressantes (78% en T.P.L. et 0,36% en  $MgO$ ). La perte en  $P_2O_5$  augmente avec le rapport  $\frac{SO_2 \text{ utilisé}}{\text{minerai traité}}$ , elle passe de 4,13% pour un rapport égal à 33 (gr/kg), à 3,24% pour un rapport égal à 205 (gr/kg) voir graphiques (Fig 10 et 11). Avec ce même rapport le minerai obtenu a des caractéristiques très intéressantes :

79,4% en T.P.L. et presque pas de magnésie (0,16%)

Ce traitement sera probablement rentable s'il est effectué par l'usine de fabrication de l'acide phosphorique. Le minerai, calciné lavé et carbonaté, passe par un traitement préliminaire (lavage à l'eau et barbotage de  $SO_2$ ) pour éliminer la magnésie, (le  $SO_2$  provient de l'unité de fabrication de l'acide sulfurique), puis il est utilisé pour la fabrication proprement dite de l'acide phosphorique et enfin, si c'est le cas, pour la fabrication du super. Pour les usines qui ne comportent pas d'unité de fabrication d' $H_2SO_4$ , le traitement à l'anhydride sulfureux sera beaucoup plus coûteux. (une étude économique aurait pu nous donner plus de renseignements).



## V CONCLUSIONS

a) Un litre d'eau de ville utilisé pour le lavage d'un kilogramme de minerai, avec recyclage, solubilise environ 34,5 gr de sels alcalins et de chaux.

b) Une double carbonatation directe du minerai calciné avec recyclage de l'eau, nous mène à un produit marchand d'environ 75% en T.P.L.

c) Les résultats obtenus par les trois types de lavage sont conformes aux prévisions théoriques faites :  $H_2SO_4$  ; acide fort, neutralise plus facilement la magnésie que  $SO_2$  (ou  $H_2SO_3$ ) ; acide de force moyenne, qui lui de son côté est plus actif que l'ion ammonium  $NH_4^+$  ; acide très faible. De la même manière ; la perte en  $P_2O_5$  trop élevée dans le cas du traitement à l'acide sulfurique s'abaisse et devient pratiquement négligeable dans le cas du traitement au sulfate d'ammonium. Nous optons pour les résultats les plus rentables (assez bonne élimination de la magnésie et faible perte en  $P_2O_5$ ), donc pour le traitement à l' $SO_2$ . Ce choix reste sous réserve. Une étude économique des trois types de lavage acide nous permettra un choix plus sûr.

## BIBLIOGRAPHIE

1. Projet de fin d'étude de M.S. CHERIFI et M. OUARETH  
Etude de solubilité des composés stériles dans le phosphate calciné du Djebel-Onk
2. Projet de fin d'étude de Bennachenou et Marache  
Traitement pneumatique du phosphate brut  
Lavage du phosphate - à l'eau douce  
- à l'eau de mer
3. A R. Rule, W. G. GRUZENSKY et W. A. STICKNEY  
Rapport de recherche n° 7362 du bureau des mines  
Elimination du Magnesium dans les concentrés de phosphates naturels
4. Société Venot-Pic - Rapport de recherche 8 Mai 1970  
Essais d'attrition de phosphate par voie humide -  
voie sèche.
- 5 CHARLOT. Analyse quantitative minérale  
Masson - Paris 1966

