

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de  
la Recherche Scientifique**

**Ecole Nationale Polytechnique**



Laboratoire du Génie Minier

**Département du Génie Minier**

**Mémoire de projet de fin d'études**

**Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie minier**

**Biolixiviation du minerais plombo-barytique  
de la mine d'Ichmoul par l'utilisation d'un  
consortium de bactéries acidophiles  
indigènes et exogènes**

**BENMESSAOUD Houria Manel**

**SIOUANI Nour El Houda**

Sous la direction de Melle Amira Merchichi et Mme Safia Zoubiri

Présenté et soutenu publiquement le 14/07/2021

**Composition du jury :**

Président	M. Malek OULD HAMOU	Professeur	ENP, Alger
Promotrice	Melle Amira MERCHICHI	Maitre assistante A	ENP, Alger
Co-promotrice	Mme Safia ZOUBIRI	Docteur	ASG, Alger
Examineur	Mme. Nabila BOUTOUCHENT GUERFI	Maitre de recherche A	ENP, Alger

**ENP 2021**



**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de  
la Recherche Scientifique**

**Ecole Nationale Polytechnique**



**Département du Génie Minier  
Mémoire de projet de fin d'études**

Laboratoire du Génie Minier

**Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie minier**

**Biolixiviation du minerai plombo-barytique  
de la mine d'Ichmoul par l'utilisation d'un  
consortium de bactéries acidophiles  
indigènes et exogènes**

**BENMESSAOUD Houria Manel**

**SIOUANI Nour El Houda**

Sous la direction de Melle Amira Merchichi et Mme Safia Zoubiri

Présenté et soutenu publiquement le 14/07/2021

**Composition du jury :**

Président	M. Malek OULD HAMOU	Professeur	ENP, Alger
Promotrice	Melle Amira MERCHICHI	Maitre assistante A	ENP, Alger
Co-promotrice	Mme Safia ZOUBIRI	Docteur	ASG, Alger
Examineur	Mme. Nabila BOUTOUCHENT GUERFI	Maitre de recherches A	ENP, Alger

**ENP 2021**

## ملخص

كان التفاعل بين الكائنات الحية الدقيقة والمعادن موضوعًا ساخنًا للكشف عن آليات التبييض الحيوي وأدائها. هذا هو السبب في أننا اخترنا تقييم أداء هذه العملية على خام الرصاص باريت المأخوذ من منجم إشمول من خلال تغيير بعض المعايير الرئيسية. وتشمل هذه فئة حجم الجسيمات للخام، ونوع البكتيريا المستخدمة (محلية أو خارجية)، وكثافة اللب (10%) و 20%، ووضع التحريك (ديناميكي وثابت) وبالتالي تقييم تأثيرها على كفاءة التبييض البيولوجي. أجرينا تحليلات مقارنة للعينة قبل وبعد التبييض البيولوجي عن طريق المسح المجهر الإلكتروني، والتحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء، ومقياس الضوء باللهب وكذلك مطياف الامتصاص الذري.

أظهرت النتائج كفاءة إذابة المعدن بحيث بلغ مردود النحاس 41.37%، وسجلت 9.05% للزنك للاختبار الديناميكي مع البكتيريا الخارجية من فئة حجم الجسيمات [-80؛ 63 ميكرومتر]، بينما بالنسبة للمعادن الأخرى (النحاس، الرصاص، Ba) لوحظ عائد منخفض.

**الكلمات المفتاحية:** التبييض البيولوجي، خامات الكبريتيد، كونسورتيوم من البكتيريا المحلية والخارجية

## ABSTRACT

The interaction between microorganisms and minerals has been a hot topic to reveal the mechanisms of bioleaching and its performance. This is why we have chosen to evaluate the performance of this process on a lead-barite ore taken from the Ichmoul mine by varying a few key parameters, including the particle size class of the ore, the type of bacteria used (indigenous or exogenous), the density of the pulp (10% and 20%), the stirring mode (dynamic and static) and thus to assess their influence on the efficiency of the bioleaching. comparisons of the sample before and after bioleaching by scanning electron microscopy, infrared spectroscopy, flame photometer as well as by atomic absorption spectrometry.

The results showed a metal solubilization efficiency such that the yield for copper reached a value of 41.37% recorded and 9.05% for zinc for the dynamic test with exogenous bacteria of particle size class [-80; 63µm]; while for other metals (Cu, Pb) a low yield was noticed.

**KEY WORDS:** Bioleaching, sulfide ores, consortium of exogenous and indigenous bacteria.

## RÉSUMÉ

L'interaction entre les micro-organismes et les minéraux a été un sujet brûlant pour révéler les mécanismes de biolixiviation et sa performance. C'est pour cela que nous avons choisi d'évaluer le rendement de ce procédé sur un minerai plombo-barytique pris de la mine d'Ichmoul en variant quelques paramètres clés. Parmi ceux-ci la classe granulométrique du minerai, le type de bactéries utilisées (indigènes ou exogènes), la densité de la pulpe (10% et 20%), le mode d'agitation (dynamique et statique) et ainsi d'évaluer leur influence sur l'efficacité de la biolixiviation. Nous avons effectué des analyses comparatives de l'échantillon avant et après la biolixiviation par microscopie électronique à balayage, spectroscopie infra-rouge, photomètre à flamme ainsi que par spectrométrie d'absorption atomique.

Les résultats ont montré une efficacité de solubilisation de métaux tel que le rendement pour le cuivre a atteint une valeur 41.37 %, 9,05% pour le zinc enregistré pour l'essai dynamique avec des bactéries exogènes de classe granulométrique [-80 ;63µm], tandis que pour les autres métaux (Cu, Pb, Ba) un faible rendement a été remarqué.

**Mots clés :** Biolixiviation, minerais sulfurés, consortium de bactéries exogènes et indigène.

## Dédicaces

*A la lumière de ma vie et ma raison d'être, toi qui m'as donné tant de choses et qui continue à le faire, toi le symbole de courage, générosité et de patience, toi qui as tant sacrifié pour le bonheur de tes enfants... J'aimerais tellement pouvoir te rendre tout l'amour et la dévotion que tu nous as offerts, mais une vie entière ne suffirait pas. Aujourd'hui Maman, ce travail est ton œuvre.*

*A l'homme qui m'a fait grandir, et m'a interdit de dire je ne peux pas ou je ne connais pas, à qui je dois ma réussite, je te dédie ce travail Papa.*

*A mes deux repères qui ont toujours été là, à toi ma chère et unique sœur Lyssia, et à toi mon merveilleux frère Nassim.*

*A mes neveux: Ilyan et Racim que j'aime tendrement.*

*A toute ma famille gisement d'amour et de solidarité.*

*A ma très chère binôme Houda qui sans son calme, son sang-froid et son intégrité, ce travail n'aurait jamais pu voir le jour.*

*A Nacim, qui m'a toujours épaulé durant ces cinq dernières années et qui était et sera toujours là pour moi, merci.*

*A mes chers amis : Nesrine, Chamsy, Kenza, Amira, Meriem, Anis, Soheib et Ramzy. A tous mes amis du CAP.*

*Que le fait d'être lue puisse être et rester ma plus belle rétribution.*

*Manel*

Dédicaces

*A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui m'a mis au monde et qui continue de m'encourager jusqu'à la toute fin, ma maman.*

*A l'homme qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'épargne aucun effort à me rendre heureux, mon papa.*

*A ma chère soeur Hadjer et mon merveilleux frère: Toufik et tout membre de famille.*

*A ma chère binôme Manel, sans sa patience, encouragement et conseils ce travail n'aurait jamais vu le jour.*

*A mes chères amies d'enfance :Lamia,Aida,Hana,Nada,maroua et Maïssa ainsi que mes sublimes amis durant mon cursus d'ingénieur: Maroua,Amira,Hatem,Khaled,Meriem,Amira,Anis et Nacim .*

*Houda*

# REMERCIEMENTS

*Louange à Dieu seul, clément et miséricordieux.*

*Tout d'abord, nous adressons nos reconnaissances et vifs remerciements à notre encadreur Madame Amira Merchichi, qui nous a assisté durant toute cette période de stage avec son soutien moral et ses précieux conseils afin de mener à bien notre projet de fin d'études, dans l'espérance qu'il soit à la hauteur de ses attentes.*

*Nos sincères remerciements vont ensuite à notre co-promotrice Madame Safia Zoubiri, pour l'assistance technique qu'elle nous a prodiguée pour l'élaboration du présent travail.*

*Nous exprimons notre profonde gratitude à l'ensemble du personnel du Laboratoire Universal-LAB en particulier : Mme Zineb Belkhir ainsi que Mr Billel Bourzam, qui nous ont aidé techniquement et permis de travailler dans un cadre et ambiance agréables.*

*Nos vifs remerciements vont également au personnel du laboratoire CRAPC qui nous a aidé à compléter ce travail via leurs analyses.*

*Nous saisissons cette occasion pour destiner à nos professeurs ayant contribué à notre formation nos remerciements les plus sincères, ainsi qu'aux membres du jury qui nous font l'honneur d'évaluer ce travail, le professeur Malek OULD HAMOU en tant que président et Mme Nabila BOUTOUCHENT GUERFI en tant qu'examinatrice.*

*Que toute personne ayant participé de près ou de loin à la réalisation de notre projet, veuille trouver ici le témoignage de gratitude et de remerciements.*

*Manel et Houda*

# TABLES DES MATIERES

## LISTE DES FIGURES

## LISTE DES TABLEAUX

## INTRODUCTION GÉNÉRALE .....13

## PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE .....16

1.	Biotechnologie appliquée à l'industrie du traitement des matières minérales .....	17
2.	Lixiviation bactérienne, considérations générales .....	22
2.1.	Micro-organismes impliqués dans la biolixiviation .....	22
2.1.1.	Généralités sur les micro-organismes .....	22
2.1.2.	Classification des bactéries.....	22
2.1.3.	Les Micro-organismes en biolixiviation.....	30
2.2.	Adhésion bactérienne : Notion de biofilm.....	32
2.2.1.	Définition des EPS (Substance polymériques extra-cellulaires) .....	33
2.2.2.	Site d'attachement .....	34
2.2.3.	Adhésion et fixation des bactéries aux surfaces minérales.....	35
2.3.	Mécanismes de biolixiviation.....	38
2.3.1.	Biolixiviation de minerais à l'aide de micro-organismes acidophiles.....	38
2.3.2.	Mécanisme de contact direct .....	39
2.3.3.	Mécanisme de non contact .....	39
2.4.	Modélisation de la biolixiviation.....	44
2.4.1.	Modèles basés sur les micro-organismes attachés.....	44
2.5.	Impact des procédés de biolixiviation sur l'environnement.....	47
2.6.	Economie des procédés de biolixiviation.....	50
3.	Principe de bio-extraction .....	52
3.1.	Métaux extraits par biolixiviation .....	54
4.	Les paramètres influençant la biolixiviation.....	56
5.	Application des procédés de biolixiviation à l'échelle industrielle .....	59
5.1.	Essai statique .....	59
5.1.1.	Heap bioleaching .....	59
5.1.2.	Biolixiviation en cuve .....	61
5.1.3.	Biolixiviation en réservoir .....	61
5.1.4.	Biolixiviation in-situ .....	62
5.2.	Essai dynamique .....	63



6.	Présentation de la mine d'Ichemoul .....	66
6.1.	Localisation géographique .....	66
6.2.	Aperçu géologique.....	67
	La géologie régionale .....	67
6.3.	Minéralisation.....	68
<b>MATERIEL ET METHODES.....</b>		<b>69</b>
7.	Schéma de la méthodologie de travail.....	70
8.	Prélèvement et échantillonnage .....	71
9.	Préparation des échantillons .....	71
9.1.	Quartage.....	71
9.2.	Broyage.....	72
10.	Caractérisation des échantillons.....	73
10.1.	Caractérisation physico-chimique.....	73
10.2.	Caractérisation chimique.....	79
10.3.	Caractérisation minéralogique.....	83
11.	Isolement des bactéries .....	86
11.1.	Description du site de Sidi Kamber.....	86
11.2.	Bactéries indigènes et exogènes.....	88
11.3.	Protocole analytique.....	89
	11.3.1. Préparation du milieu 9k.....	89
	11.3.2. Préparation des échantillons à la biolixiviation.....	90
12.	Essais de biolixiviation .....	95
13.	Caractérisation post-traitement.....	96
<b>RÉSULTATS ET DISCUSSION .....</b>		<b>103</b>
14.	Caractérisation des échantillons.....	104
14.1.	Caractérisation physico-chimique.....	104
14.1.1.	Potentiel d'hydrogène (pH) .....	104
14.1.2.	Porosité p(%) .....	104
14.1.3.	Densité apparente ( $\rho$ apparente).....	105
14.1.4.	La densité absolue ( $\rho$ réelle) .....	105
14.1.5.	Teneur en eau .....	106
14.1.6.	Détermination de la perte au feu (PAF) .....	106
14.1.7.	Analyse granulométrique.....	107
14.2.	Caractérisation chimique.....	109
14.2.1.	Spectrométrie de fluorescence (XRF).....	109
14.2.2.	Spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (FT-IR).....	110
14.3.	Caractérisation minéralogique.....	111
15.	Isolement des bactéries .....	112
15.1.	Bactéries indigènes .....	113

15.2.	Bactéries exogènes .....	115
16.	Essai de biolixiviation.....	117
16.1.	Essais statiques .....	117
16.2.	Essais dynamiques .....	123
17.	Caractérisation post-traitement.....	129
17.1.	Résultats de l'analyse chimique par spectroscopie d'absorption atomique (SAA) .....	129
17.2.	Analyse par photomètre à flamme .....	136
17.3.	Analyse par spectrométrie infrarouge (FT-IR) .....	139
17.4.	Analyse par microscopie électronique à balayage .....	140
<b>CONCLUSION GÉNÉRALE .....</b>		<b>142</b>
<b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>		<b>145</b>

# LISTE DES FIGURES

<b>Figure 1</b> : Schéma de la biolixiviation en tas, et des réactions impliquées pour la récupération du cuivre et d'autres métaux (Banerjee et al. 2017).....	19
<b>Figure 2</b> : Type de micro-organismes.....	22
<b>Figure 3</b> : Schéma récapitulatif de la classification des bactéries.....	22
<b>Figure 4</b> : Observation des bactéries mésophiles au microscope à transmission ( A : <i>Acidithiobacillus Ferrooxidans</i> ; B : <i>Acidithiobacillus Thiooxidans</i> ; C : <i>Leptosperillum Ferrooxidans</i> ) ( Nkulu Wa Ngoie, 2012).....	27
<b>Figure 5</b> : Figure de <i>Leptospirillum ferrooxidans</i> . Les barres noires représentent une longueur de 1 micromètre.....	27
<b>Figure 6</b> : Différentes caractéristiques de bactéries selon leur température optimale de croissance. 29	
<b>Figure 7</b> : Graphique représentant les phases de la croissance bactérienne (Samson 2009).....	32
<b>Figure 8</b> : Images MEB d'apatite (A) et de dolomite (B) provenant du minerai de Djebel Onk, montrant l'adsorption de <i>C. albicans</i> sur la surface des minéraux après incubation à pH 3, 5 ou 9,5 (à 28 °C pendant 20 minutes) (Rabia et al. 2019).....	34
<b>Figure 9</b> : Étapes principales de la formation d'un biofilm (Yannick DN Tremblay, Skander Hathroubi, Mario Jacques, 2014).....	35
<b>Figure 10</b> : Modèle pour le mécanisme de contact catalysé par une cellule de <i>A. ferrooxidans</i> .....	37
<b>Figure 11</b> : Mécanismes de contact et de non contact de la biolixiviation.....	40
<b>Figure 12</b> : Schéma des deux voies de (bio)lixiviation des sulfures métalliques, le thiosulfate (A) et le polysulfure (B) (Schippers et al., 1996 ; Schippers & Sand, 1999).....	43
<b>Figure 13</b> : Biolixiviation en discontinu de trois fractions de taille différente d'un concentré de pyrite (Geoffrey S. Hansford, 1999).....	44
<b>Figure 14</b> : Biolixiviation en discontinu d'un concentré d'arsénopyrite-pyrite (Geoffrey S. Hansford, 1999).....	46
<b>Figure 15</b> : Photo et schéma simplifié du traitement du minerai de nickel de Talvivaraa (Finlande) exploité par la société TVK (Morin and Kelly 2001).....	60
<b>Figure 16</b> : Schéma de la biolixiviation in-situ.....	63
<b>Figure 17</b> : Schéma général simplifié de l'installation de production de cobalt de la Kasese Cobalt Company Ltd. (Ouganda).....	64
<b>Figure 18</b> : Schéma du principe du lavage ex-situ (Garrido et al. 2002).....	65
<b>Figure 19</b> : Localisation géographique de la mine d'Ichmoul.....	66
<b>Figure 20</b> : Colonne lithostratigraphique de djebel Ichemoul.....	67
<b>Figure 21</b> : Localisation de l'échantillonnage effectué au niveau de la mine d'Ichmoul.....	71
<b>Figure 22</b> : Quartage des échantillons de la mine d'Ichmoul.....	72
<b>Figure 23</b> : Broyeur pulvérisette FRITSH.....	73
<b>Figure 24</b> : Agitateur magnétique et pH-mètre stylo OHAUSS.....	74
<b>Figure 25</b> : Essai de détermination de la densité apparente.....	75
<b>Figure 26</b> : Essai de la densité absolue.....	76
<b>Figure 27</b> : Essai de détermination de la teneur en eau.....	77
<b>Figure 28</b> : Essai d'analyse granulométrique.....	79
<b>Figure 29</b> : Spectromètre de fluorescence (FRX).....	80
<b>Figure 30</b> : Présentation du spectromètre à fluorescence Le NITON XRF.....	81
<b>Figure 31</b> : Les spectres d'énergies.....	81
<b>Figure 32</b> : Principe de fonctionnement de FT-IR.....	82
<b>Figure 33</b> : Image correspond au FT-IR de Universal Lab de type Agilent technologie CARRY 630 FTIR.....	83
<b>Figure 34</b> : Principe de fonctionnement de microscopie électronique à balayage.....	84

<b>Figure 35:</b> Image de la microscopie à balayage-CRTSE .....	84
<b>Figure 36:</b> Principe de diffractométrie de rayon X (XRD) .....	86
<b>Figure 37:</b> Localisation géographique de la mine de Sidi Kamber .....	87
<b>Figure 38:</b> Schéma représentatif de l'isolement bactérien .....	91
<b>Figure 39: A /</b> pH-mètre multifonction (Red/Ox et potentiel ionique) EUTECH ION2700.....	92
<b>Figure 40:</b> Spectromètre LANGE DR 280 .....	93
<b>Figure 41:</b> Schéma représentatif de la préparation des échantillons à la biolixiviation.....	94
<b>Figure 42:</b> Schéma représentatif de l'essai de biolixiviation .....	95
<b>Figure 43:</b> Montage de détermination de la teneur du Fe <sup>2+</sup> .....	96
<b>Figure 44:</b> Schéma représentatif principe de fonctionnement de la SAA .....	97
<b>Figure 45:</b> Appareil de la SAA – Universal Lab .....	98
<b>Figure 46:</b> Affichage de résultats pour la SAA.....	99
<b>Figure 47:</b> Schéma de principe d'un photomètre de flamme.....	100
<b>Figure 48 :</b> Photomètre à flamme-JENWAY PFP7 FLAME .....	101
<b>Figure 49 :</b> Préparation des étalons de Baryum.....	101
<b>Figure 50 :</b> Distribution granulométrique de l'échantillon d'Ichmoul .....	108
<b>Figure 51 :</b> Spectre infrarouge du tout venant de la mine d'Ichmoul avant traitement .....	110
<b>Figure 52:</b> Résultat de l'analyse par DRX.....	111
<b>Figure 53 :</b> Figure : A : Évolution du pH des souches bactériennes B : Évolution du potentiel redox des souches bactériennes. C : Évolution de la densité optique en fonction de la durée de l'essai.....	113
<b>Figure 54 :</b> Figure : A : Évolution du pH des souches bactériennes des rejets de Sidi Kamber de flottation et de gravimétrie B : Évolution du potentiel redox des souches bactériennes des rejets de Sidi Kamber de flottation et de gravimétrie. C: Evolution de la densité optique des échantillons en fonction de la durée de l'essai .....	115
<b>Figure 55 :</b> Évolution de la valeur du pH en fonction du temps pour la biolixiviation en essais statiques (A : statiques indigènes B : statiques exogènes).....	117
<b>Figure 56 :</b> Evolution de la valeur du potentiel d'oxydo-réduction en fonction de temps pour la biolixiviation en essais statiques (A : statiques indigènes B : statiques exogènes).....	119
<b>Figure 57 :</b> Evolution de la concentration de fer ferreux en fonction du temps pour la biolixiviation en essais statiques (A : statiques indigènes B : statiques exogènes) .....	120
<b>Figure 58 :</b> Croissance bactérienne en fonction du temps pour la biolixiviation en essais statiques (A : statiques indigènes B : statiques exogènes).....	121
<b>Figure 59 :</b> Évolution de la valeur du pH en fonction du temps pour la biolixiviation en essais statiques (A : statiques indigènes B : statiques exogènes).....	123
<b>Figure 60 :</b> Evolution de la valeur du potentiel d'oxydo-réduction en fonction de temps pour la biolixiviation en essais statiques (A : statiques indigènes B : statiques exogènes).....	124
<b>Figure 61 :</b> Evolution de la concentration de fer ferreux en fonction du temps pour la biolixiviation en essais dynamiques (A : statiques indigènes B : statiques exogènes) .....	125
<b>Figure 62 :</b> Croissance bactérienne en fonction du temps pour la biolixiviation en essais dynamiques (A : dynamiques indigènes B : dynamiques exogènes) .....	126
<b>Figure 63 :</b> Les variations de la concentration du cuivre en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes). .....	129
<b>Figure 64 :</b> Les variations de la concentration du cuivre en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode dynamique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes) .....	130
<b>Figure 65 :</b> Les variations de la concentration du Fer en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes). .....	131
<b>Figure 66 :</b> Les variations de la concentration du Fer en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode dynamique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes) .....	132
<b>Figure 67 :</b> Les variations de la concentration du Plomb en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes) .....	133
<b>Figure 68 :</b> Les variation de la concentration du Plomb en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode dynamique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes) .....	134

<b>Figure 69</b> : Les variation de la concentration du Zinc en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes). .....	135
<b>Figure 70</b> : Les variations de la concentration du Zinc en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode dynamique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes) .....	135
<b>Figure 71</b> : Variations de la concentration du Baryum en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes). .....	136
<b>Figure 72</b> : Variations de la concentration du Baryum en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode dynamique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes) .....	137
<b>Figure 73</b> : Spectre infrarouge du tout venant de la mine d'Ichmoul après traitement .....	139

# LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau 1</b> : Tableau récapitulatif de la classification des espèces bactériennes selon les sources nutritives élémentaires .....	24
<b>Tableau 2</b> : Classification des bactéries selon leur besoin en oxygène. ....	25
<b>Tableau 3</b> : Températures optimales de croissance de différents types de bactéries. ....	25
<b>Tableau 4</b> : Micro-organismes acidophiles les plus largement étudiés et leurs caractéristiques (« + » signifie que le micro-organisme est capable d'oxyder l'élément, « - » non) d'après Mahmoud et al. (2017) et Johnson et al. (2008) .....	30
<b>Tableau 5</b> : Coûts comparés (M\$ US) des trois principaux procédés de prétraitement des minerais d'Or réfractaires pour 100000t traités .....	51
<b>Tableau 6</b> : Tableau récapitulatif des principaux modes d'extraction des métaux.....	53
<b>Tableau 7</b> : Métaux extraits par biolixiviation (Blázquez et al. 2008; Hugues 2013). ....	54
<b>Tableau 8</b> : Tableau récapitulatif des principaux paramètres influençant la biolixiviation (Douglas E. Rawlings 1997; Rohwerder et al. 2003). ....	57
<b>Tableau 9</b> : Réactifs utilisés pour la préparation du milieu 9K.....	89
<b>Tableau 10</b> : Résultats de la porosité .....	105
<b>Tableau 11</b> : Résultats de la densité apparente .....	105
<b>Tableau 12</b> : Résultats de la densité absolue .....	106
<b>Tableau 13</b> : Résultats des valeurs des teneurs en eau .....	106
<b>Tableau 14</b> : Résumé des résultats de l'essai de PAF .....	106
<b>Tableau 15</b> : Résultats de l'analyse granulométrique.....	107
<b>Tableau 16</b> : Résultats de l'analyse granulométrique .....	108
<b>Tableau 17</b> : Caractérisation chimiques élémentaire de minerai d'Ichmoul .....	109
<b>Tableau 18</b> : Caractérisation chimiques des oxydes pour le minerai d'Ichmoul.....	110
<b>Tableau 23</b> : Résultats de l'analyse par DRX avec légendes .....	111
<b>Tableau 19</b> : Évolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode statique pour des bactéries indigènes .....	127
<b>Tableau 20</b> : Évolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode statique pour des bactéries exogènes .....	127
<b>Tableau 21</b> : Évolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode dynamique.....	128
<b>Tableau 22</b> : Résultats de l'analyse au MEB avec observations.....	141

# **INTRODUCTION GÉNÉRALE**

## Introduction générale :

L'activité minière est l'une des plus anciennes activités industrielles que l'être humain ait pratiquées, et ceci depuis l'antiquité. Au cours du temps, celle-ci a connu plusieurs développements et évolutions en y introduisant de nombreux procédés aidant à la valorisation et l'extraction des substances utiles tout en améliorant la qualité du produit fini. Les méthodes de séparation gravimétrique, magnétique, électrique ainsi que la flottation sont toujours d'actualité mais comportent quelques inconvénients environnementaux, économiques ainsi que techniques.

A l'époque où ces méthodes de traitement conventionnelles étaient toujours en expansion, Colmer et Hinkle, chercheurs dans le domaine minier, en s'intéressant à la pollution de la rivière Ohio (États-Unis) par les eaux de drainage de mines de charbon, notent l'existence d'une énorme quantité d'acide sulfurique; quantité trop importante pour provenir d'une oxydation purement chimique, et ils soupçonnèrent alors la présence d'une oxydation d'origine biologique. Ils mettent en effet en évidence la présence de bactéries capables d'oxyder le fer ou des composés soufrés, telles que *Acidithiobacillus ferrooxidans* ou *Thiobacillus ferrooxidans*.

Cette découverte a permis d'initier de nombreuses recherches traitant le sujet de la lixiviation bactérienne de minerai et de rejets miniers. Ces dernières années, les avantages financiers et environnementaux potentiels de la biotechnologie, ainsi que la précision croissante avec laquelle est appliquée cette discipline en traitant des minerais à faibles teneurs en métaux utiles, en ont fait une option intéressante pour les sociétés minières qui sont à la recherche de nouvelles approches envers les problèmes techniques. Cette discipline est amenée à se développer, et de nouveaux efforts sont déployés pour trouver la bactérie ou la combinaison bactérienne appropriée, qui peut avoir une efficacité de lixiviation élevée et fonctionner dans des conditions environnementales adéquates au minerai que l'on souhaite traiter.

Dans le but d'appliquer cette méthode de traitement encore jamais appliquée en Algérie, nous traiterons dans ce mémoire de fin d'étude, la biolixiviation du minerai plombo-barytique de la mine d'Ichmoul par un consortium de bactéries indigènes et exogènes visant à prédire la possibilité de traitement de ce minerai par une méthode de lixiviation bactérienne, trouver le consortium de bactéries adéquat pour cette valorisation ainsi que fixer les conditions optimales à son application. Le fait que la biolixiviation de minerais plomb-barytiques soit un domaine encore vierge, il s'avère donc d'autant plus intéressant de connaître l'efficacité de cette méthode sur ce type de minerai.

L'objectif de notre travail consiste donc à traiter le minerai plombo-barytique d'Ichmoul par la conversion des métaux se trouvant dans la phase solide à la phase liquide par consortium de bactéries acidophiles, mésophiles telles que *Acidithiobacillus Ferrooxidans*. Nous avons choisi d'utiliser deux types de consortiums, le premier étant indigène (isolé de la mine d'ichmoul) et le second exogène (isolé de la mine de Sidi Kamber (Skikda) afin de déterminer lequel serait le plus efficace dans la lixiviation de ce type de minerai. Toujours dans le but d'optimiser cette efficacité, nous avons aussi choisi de varier quelques paramètres clés influençant ce procédé biologique tels que la classe granulométrique du minerai à partir duquel les bactéries sont isolées [-80;+63 $\mu$ m] et [-100;+80 $\mu$ m], la densité de la pulpe (10% et 20%) ainsi que le mode d'agitation( dynamique et statique).



Le suivi de l'efficacité de la biolixiviation sera fait par des mesures quotidiennes du potentiel d'hydrogène, potentiel d'oxydo-réduction, la concentration de fer ferrique dans la solution, la densité optique du milieu ainsi que l'analyse de la concentration de métaux en solution à différentes étapes du traitement bactérien via des méthodes d'analyse chimiques et minéralogiques telles que la spectrométrie d'absorbance atomique, la microscopie électronique à balayage, la diffractométrie de rayon X, Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

Notre travail sera présenté en trois parties : La première traitera la partie bibliographique nous permettant de faire une bonne analyse et discussion des résultats, la deuxième partie servira à décrire le déroulement du travail expérimental ainsi que le matériel utilisé durant celui-ci, la troisième contiendra les résultats que nous avons obtenu et leur discussion et nous terminerons enfin par une conclusion à notre travail ainsi que quelques recommandations.

L'originalité de notre thème est l'étude de l'efficacité de la méthode de biolixiviation de minerai plombo-barytique pour la première fois en Algérie ainsi que la détermination des paramètres optimaux à l'application de celle-ci en faisant une étude comparative entre deux consortiums de bactéries indigènes et exogènes afin de fixer les paramètres aboutissants à une valorisation efficace et optimale techniquement, économiquement ainsi que environnementalement, ce qui en fait un sujet d'actualité.

# **PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE**

En raison de son respect de l'environnement et de sa rentabilité, la biolixiviation a attiré une attention accrue en ce qui concerne ses capacités de traiter les minerais sulfurés à faible teneur, (Praburaman et al. 2015) C'est pour cette raison que nous nous intéresserons dans ce chapitre à l'importance qu'occupent les micro-organismes dans la biolixiviation, leur site d'attachement au minerai ainsi que leur rôle dans les mécanismes de biolixiviation. Nous nous intéresserons également aux métaux extraits par ce procédé ainsi qu'aux facteurs influençant son efficacité.

Nous aborderons ensuite, l'application de la lixiviation bactérienne à l'échelle industrielle, ses impacts sur l'environnement et enfin nous verrons une brève comparaison économique de la biolixiviation à d'autres méthodes de traitements conventionnelles.

## **1. Biotechnologie appliquée à l'industrie du traitement des matières minérales**

Bien que le rôle des micro-organismes dans les processus d'exploitation des métaux n'a été découvert qu'il y a environ 70 ans, il est probable que ceux-ci contribuent à la récupération des métaux à partir des minerais depuis des centaines d'années. Les méthodes biotechnologiques de récupération des métaux sont de plus en plus importantes pour les applications industrielles actuelles.

Les méthodes de biolixiviation du cuivre et de l'or sont bien développées et acceptées, dans la mesure où, à l'échelle mondiale, environ 5 % de l'or, 15 % du cuivre et de moindres pourcentages des autres métaux de base sont actuellement lixiviés grâce à l'utilisation délibérée de micro-organismes (Rohwerder et al. 2003).

D'autres métaux, tels que l'uranium, le plomb, le manganèse et le cobalt, ont également fait l'objet de recherches concluantes permettant de dire que ces minerais peuvent effectivement être biolixiviés (Acharya, Kar, and Sukla 2003; Rouchalova et al. 2020; Schnell 1997).

Ce processus autocatalytique existe dans la nature et les micro-organismes qui sont à l'origine de ce processus peuvent être isolés dans les eaux des sites à drainage minier acide (bactéries mésophiles) ou des sources hydrothermales (bactérie thermophiles) mais aussi un partir d'un minerai brut ou traité ou de rejets miniers solides. Comparée aux autres procédés de dissolution des minéraux utilisés conventionnellement, la biolixiviation est un procédé simple, économique rentable et sûr sur le plan environnemental puisqu'elle se déroule sans rejet de SO<sub>2</sub> dans l'atmosphère.

Dans le monde entier, il existe plus de quarante installations industrielles visant la récupération de ces différents métaux par biolixiviation (Escondida (chili) ;Talvivaara (Finlande) ; Peñoles plant, Monterrey, Mexico...). En outre, bien que le processus n'ait pas été prouvé à grande échelle, il est prometteur pour la biolixiviation du molybdène, de la galène, la pyrite, chalcopyrite et d'autres minerais. Le traitement des flux de déchets devient également de plus en plus intéressant grâce à la biolixiviation. Les métaux contenus dans ces matériaux étaient auparavant jugés non rentables par des méthodes non biologiques.

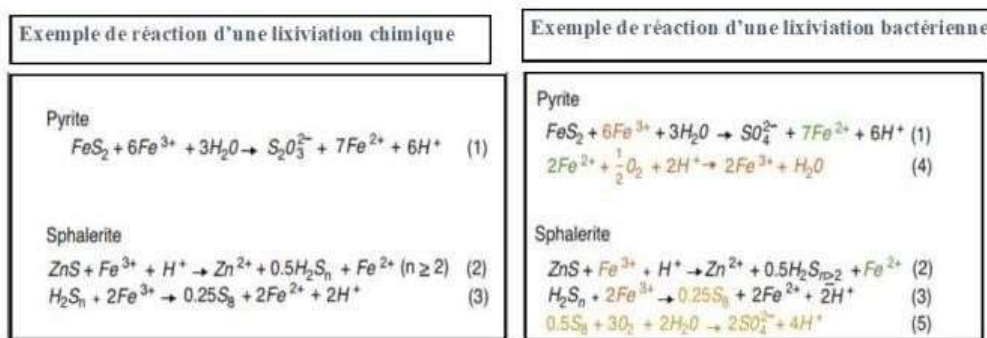
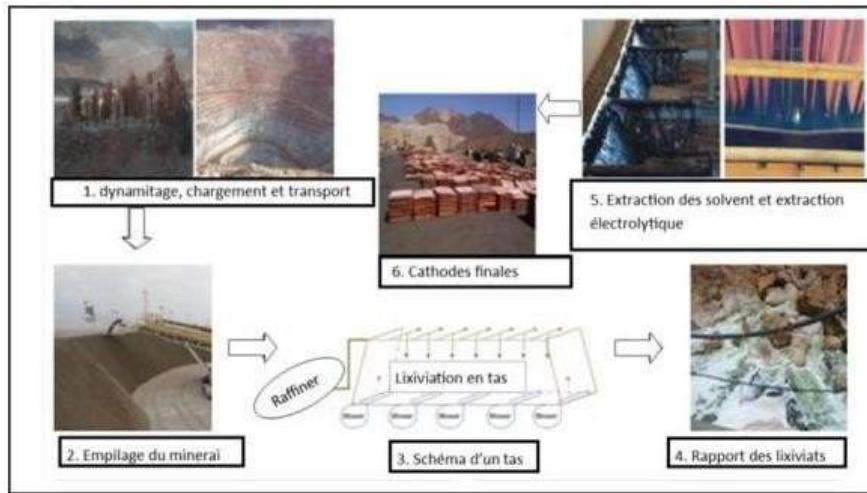
Par exemple, les résidus de cuivre d'aujourd'hui contiennent encore environ 0,1 % de cuivre en poids, alors que les résidus plus anciens, dus à l'inefficacité des processus antérieurs, contiennent entre 0,2 et 0,6 % de cuivre en poids (Rohwerder et al. 2003).

Les approches techniques à grande échelle en matière de biolixiviation ou de biooxydation dans les applications commerciales comprennent la lixiviation en tas et la lixiviation en cuve agitée continue. Une autre méthode, bien que moins couramment pratiquée à l'heure actuelle, est la lixiviation in situ qui a été appliquée pour la première fois à l'échelle industrielle au milieu des années 1900. Ce procédé est plus prédominant dans l'industrie minière pour la biolixiviation du cuivre (Vargas et al. 2020).

La lixiviation en tas (DUMP leaching) permet de lixivier des minerais à faible teneur qui ne peuvent pas être traités économiquement par les méthodes typiques utilisées pour produire un concentré de cuivre. Ces terrils sont construits en plaçant des minerais de qualité inférieure à la teneur de coupure (tout ce qui est inférieur à 0,6 % en poids de cuivre) sur des plots où il est traité avec une solution acide. Ce matériau est généralement appelé minerai de l'exploitation minière (ROM). Les micro-organismes autotrophes qui sont natifs de l'environnement catalysent le processus de lixiviation et deviennent plus fréquents à mesure que les conditions deviennent plus acides et favorables à la croissance des organismes.

- Bien qu'elle soit similaire à la biolixiviation en tas (dump leaching), la biolixiviation en tas (heap leaching) implique une planification et une ingénierie plus poussées afin d'optimiser les conditions de lixiviation.

La figure 1 représente un schéma des différentes étapes de la lixiviation en tas (heap leaching) ainsi que les principales réactions chimiques intervenant dans la biolixiviation des minerais.



**Figure 1** : Schéma de la biolixiviation en tas, et des réactions impliquées pour la récupération du cuivre et d'autres métaux (Banerjee et al. 2017).

Panneau supérieur :

1 : Le minerai est foré selon un schéma organisé, puis dynamité (à gauche). Une fosse ouverte est créée avec des bancs d'environ 15 mètres de haut (à droite). Le minerai est ensuite transféré vers un tas ou un concasseur.

2 : Un système de convoyeur empile le minerai.

3 : Des terrils spécialement conçus sont construits en fonction de la qualité du minerai, de la taille des particules, des débits, des injections d'air et de nombreux autres facteurs. Une solution acide faible est irriguée par le haut et percole dans tout le terril.

4 : Une solution de lixiviat est rapportée par le bas du tas et acheminée vers des bassins de collecte.

5 : Un circuit d'extraction par solvant (SX) est utilisé pour libérer le métal d'intérêt de la solution hôte (à gauche). La solution est envoyée vers la zone d'extraction électrolytique (EW) où une cathode métallique est produite (à droite).

6 : Les feuilles de cathode sont ensuite envoyées aux clients ou aux broyeurs à barres.

#### Panneau inférieur

Réactions de la lixiviation en tas Gauche : Deux exemples de réactions chimiques que l'on retrouve dans la lixiviation en tas sans les réactions des microbes. La pyrite, un minéral non métallique, une fois oxydée, est une source de fer ferrique ( $\text{Fe}^{3+}$ ) et d'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Sans microbes, la réaction s'arrête après la réaction initiale (1). La sphalérite est un minéral contenant du métal et dépend de la présence de fer ferrique pour la libération du métal (2). Les produits de la réaction (3) sont laissés avec du soufre élémentaire et du fer ferreux ( $\text{Fe}^{2+}$ ) qui, sans interaction microbienne, ne sont pas utilisés plus avant. Droite : Lorsque les microbes sont présents, le produit de la réaction initiale peut devenir les réactifs. Le fer ferreux, un produit de la réaction initiale, peut être oxydé en fer ferrique par les métabolismes microbiens (4). Le soufre élémentaire peut être à nouveau oxydé en acide sulfurique (5). Ainsi, les réactions des microbes agissent comme des catalyseurs de la réaction initiale (1-3).

Des mesures supplémentaires sont prises pour préparer le minerai avant de l'empiler sur un tas. Une fois que le minerai est dynamité, il est broyé jusqu'à une taille plus petite.

Le concassage du minerai dépend de la qualité du minerai. Un minerai de qualité supérieure est broyé jusqu'à une taille de particule prédéterminée. Celui-ci est ensuite conditionné par agglomération, permettant aux particules plus fines de se fixer. Certaines exploitations conditionnent le minerai avec des micro-organismes indigènes. Une fois conditionné, il est transporté vers des plates-formes spécialement conçues et empilées dans des ascenseurs. En raison des conditions d'oxydation requises pour la plupart des réactions de dissolution des métaux, ces terrils sont aérés par des ventilateurs externes.

Cette pratique est assez courante et est également importante pour la culture de micro-organismes dans le terril. Du raffinat, une solution faiblement acide, est appliqué et percole à travers le terril. Le lixiviat, solution qui est recueillie au fond des terrils, est généralement traitée par des technologies d'extraction par solvant/électrowinning (SX/EW). Des solvants organiques conçus pour l'extraction sont utilisés pour libérer le métal d'intérêt de la solution hôte sous agitation vigoureuse.

Après une série de procédures de décantation et de mélange, on obtient une solution très concentrée du métal recherché, elle est acheminée vers l'étape finale, l'extraction électrolytique (EW).

Une anode métallique est placée dans une cellule contenant la solution à forte teneur en métal et une haute tension est appliquée à la cellule. Les ions métalliques adhèrent à la feuille de métal de l'anode, créant une cathode de métal lessivé. Ce processus est nuisible à la survie des micro-organismes dans le lixiviat. On estime qu'il y a une perte approximative de 10<sup>2</sup> cellules par millilitre tout au long du processus d'extraction par solvant. Cependant, une fois que la solution recyclée est réappliquée sur le terril, la population microbienne augmente avec le temps pour atteindre environ 10<sup>4</sup> cellules par gramme de minerai.

La biolixiviation en tas a plus récemment été appliquée comme un processus de prétraitement dans la lixiviation des minerais d'or. Cette technologie est particulièrement utilisée pour oxyder les minéraux sulfurés qui sont ensuite traités avec des réactifs afin de récupérer l'or.

- Les réacteurs à réservoir agité sont une autre application d'ingénierie utilisée dans la biolixiviation. Ces cuves fonctionnent à températures modérées, généralement construites en acier inoxydable, aérées et agitées afin de maintenir le concentré en suspension. Les coûts opérationnels sont déterminants, cette technologie est généralement utilisée pour biooxyder ou biolixivier les concentrés minéraux.
- Un dernier exemple d'applications industrielles de biomining est la biolixiviation in situ. Cette méthode consiste à lixivier le minerai dans son emplacement naturel, sans excavation. Une solution est pompée à travers des passages qui ont été forés dans le minerai, le lixiviat est collecté et ensuite traité pour la récupération des métaux.

Il y a également des progrès dans le biotraitement de certains minerais dans des conditions réductrices, comme avec les matériaux latéritiques. Le nickel et le cobalt sont des exemples de métaux qui peuvent être extraits dans des conditions réductrices, contrairement aux conditions oxydantes utilisées pour le traitement biologique du cuivre et l'or (Banerjee et al. 2017).

## 2. Lixiviation bactérienne, considérations générales

### 2.1. Micro-organismes impliqués dans la biolixiviation

#### 2.1.1. Généralités sur les micro-organismes

Les micro-organismes sont représentés par diverses formes de vies dont les bactéries, les champignons, les archéobactéries, et les protistes.

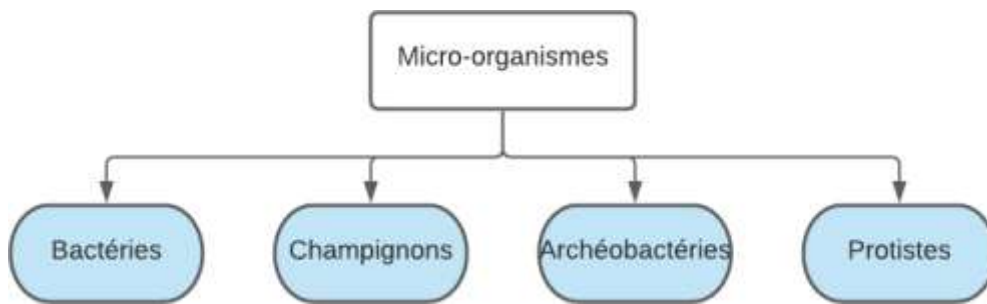


Figure 2 : Type de micro-organismes.

Mais de toutes ces formes de vie, les bactéries sont les plus importantes dans le domaine de la biolixiviation.

#### 2.1.2. Classification des bactéries :

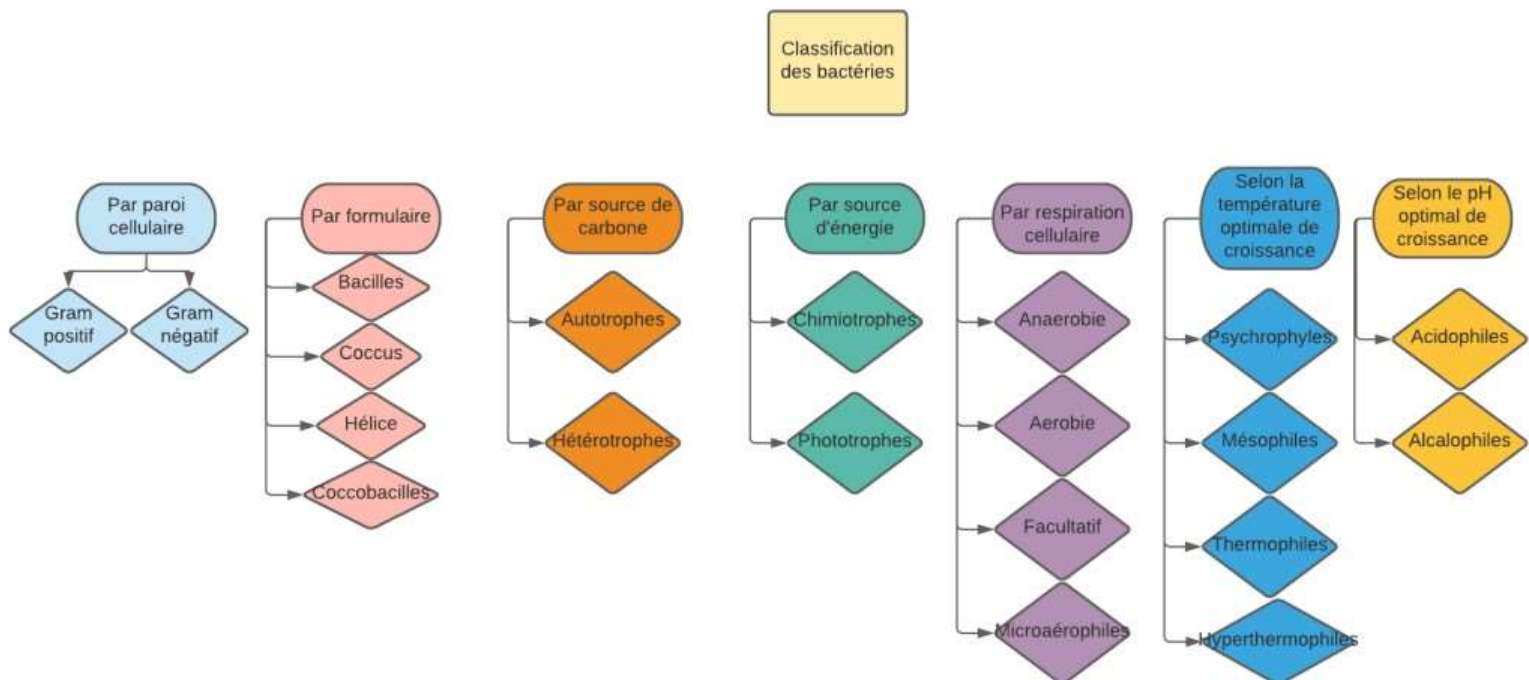


Figure 3 : Schéma récapitulatif de la classification des bactéries.



### ➤ **Classification par paroi cellulaire**

Les caractéristiques spécifiques des parois cellulaires des bactéries indiquent des différences entre l'une et l'autre bactéries. Pour déterminer ces caractéristiques des parois cellulaires, une expérience est réalisée en utilisant un colorant appelé Gram. Grâce à cette technique, deux classes de bactéries apparaissent : gram positif et gram négatif.

**Gram positif** : Ce sont ceux qui maintiennent la coloration du colorant, même lorsque le colorant a été dissous avec de l'alcool. Les parois des cellules, formées en grande partie par un composant appelé peptidoglycane, sont plus épaisses.

**Gram négatif** : Ce sont ceux qui ne conservent pas le colorant Gram après avoir été lavés avec de l'alcool. Dans ce cas, les taux de peptidoglycane sont plus bas, de sorte que les parois cellulaires sont plus minces.

### ➤ **Classification par formulaire**

Cette classification concerne la morphologie des bactéries. Il existe essentiellement quatre types: bacille, coccus, hélice et coccobacille.

### ➤ **Classification par nutrition**

La bactérie pour se maintenir en vie ou pour se diviser a besoin de nutriments. Selon la nature de ces besoins, on distingue des bactéries prototrophes et auxotrophes.

- Les bactéries prototrophes se contentent des besoins élémentaires pour sa nutrition : eau, source d'énergie, source de carbone, azote ainsi que des macro et micronutriments.
- Les bactéries auxotrophes en revanche ont besoin en plus des besoins élémentaires, de facteurs de croissance ainsi que des facteurs environnementaux.

➤ **Classification selon les besoins nutritifs élémentaires**

**Tableau 1** : Tableau récapitulatif de la classification des espèces bactériennes selon les sources nutritives élémentaires.

Source d'énergie	Source d'électrons	Source de Carbone	Type trophique
<b>Radiations lumineuses</b>  <b>Photo-</b>	<b>Composés organiques oxydables</b>  <b>Organo-</b>	<b>Organique (C de la matière organique)</b>  <b>Hétéro-</b>	<b>Photoorganohétérotrophe</b>
		Minérale (CO <sub>2</sub> et HCO <sub>3</sub> en milieu aqueux)  <b>Auto-</b>	<b>Photoorganoautotrophe</b>
	<b>Composés inorganiques (Substances minérales oxydables ex : Sulfures)</b>  <b>Litho-</b>	Organique <b>Hétéro-</b>	<b>Photolithohétérotrophe</b>
		Minérale <b>Auto-</b>	<b>Photolithoautotrophe</b>
		Organique <b>Hétéro-</b>	<b>Chimioorganohétérotrophe</b>
		Minérale <b>Auto-</b>	<b>Chimioorganoautotrophe</b>
<b>Composés chimiques, organiques</b>  <b>Chimio-</b>	<b>Composés organiques</b>  <b>Organo-</b>	Organique <b>Hétéro-</b>	<b>Chimioorganohétérotrophe</b>
		Minérale <b>Auto-</b>	<b>Chimioorganoautotrophe</b>
	<b>Composés inorganiques</b>  <b>Litho-</b>	Organique <b>Hétéro-</b>	<b>Chimiolithohétérotrophe</b>
		Minérale <b>Auto-</b>	<b>Chimiolithoautotrophe</b>

➤ **Classification selon les besoins environnementaux et facteurs de croissance :**

- **Selon le besoin en oxygène :**

Selon la manière dont ils respirent, quatre types principaux de bactéries peuvent être trouvés : aérobies, anaérobies, facultatifs et microaérophiles.

**Tableau 2 :** Classification des bactéries selon leur besoin en oxygène.

Type de bactérie	Besoins gazeux dans le milieu
Aérobie stricte	Présence d'O <sub>2</sub> nécessaire
Anaérobie stricte	Absence totale d'O <sub>2</sub>
Anaérobie facultative	Présence ou absence d'O <sub>2</sub>
Anaérobie aérotolérante	N'utilise pas l'O <sub>2</sub> mais sa présence est tolérée
Microaérophiles	Taux en O <sub>2</sub> < O <sub>2</sub> dans l'air
Capnophiles	Présence de CO <sub>2</sub> en grande quantité > CO <sub>2</sub> dans l'air

- **Selon la température de croissance :**

Certaines bactéries tolèrent des températures élevées, tandis que d'autres se développent dans des environnements très froids. En fonction de la température à laquelle les bactéries sont capables de se développer, quatre types sont définis : Cryophiles, psychrophiles, mésophiles, thermophile et hyperthermophile.

**Tableau 3 :** Températures optimales de croissance de différents types de bactéries.

Type de bactéries	Température optimale de croissance
<b>Psychrophiles</b>	<b>-10°C-20°C</b>
<b>Mésophiles</b>	<b>15°C-40°C</b>
<b>Thermophiles</b>	<b>45-50°C (peuvent aller jusqu'à 65°)</b>
<b>Hyperthermophiles</b>	<b>70-110°C</b>

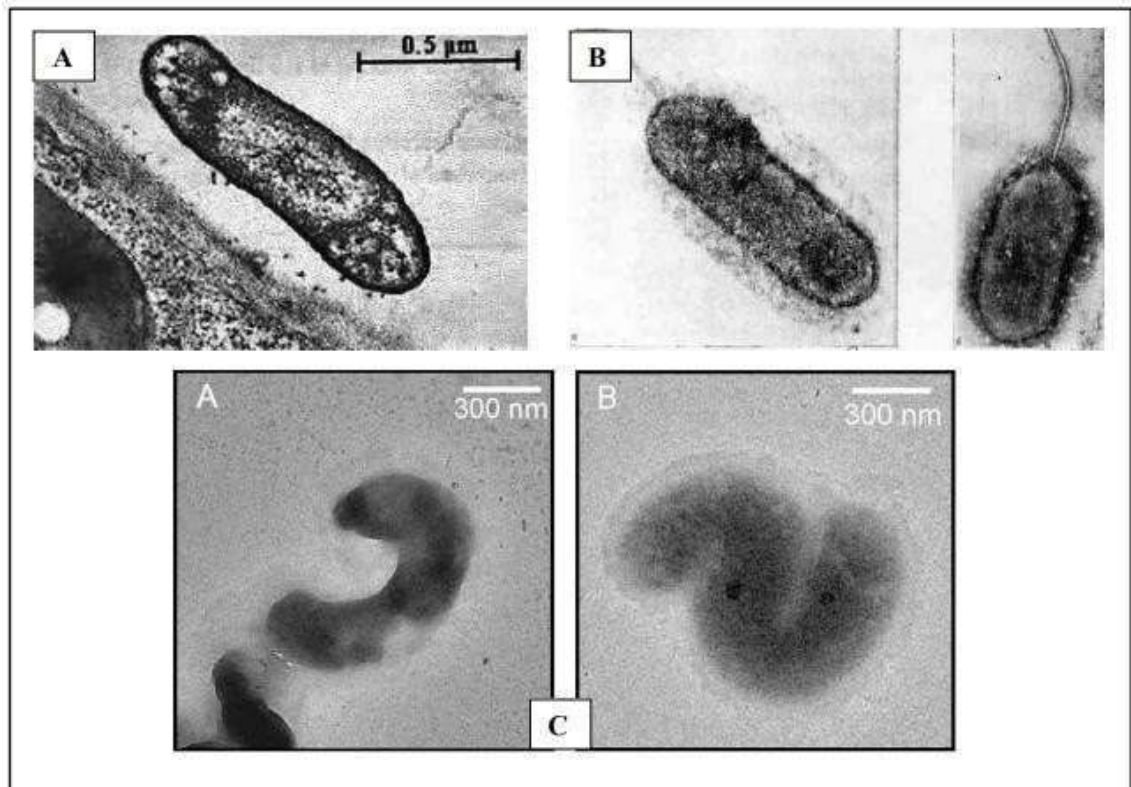
**Mésophile :** Thiobacillus est le genre le plus abondant parmi ces bactéries.

- Thiobacillus ferrooxidans :

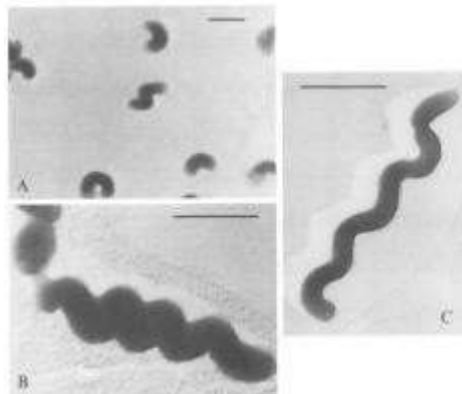
L'oxydation des composés soufrés fournit plus d'électrons aux Thiobacilles et par conséquent plus d'énergie (Söderström, Bååth, and Lundgren 1983).

- Un grand avantage de ces bactéries est dû à leur résistance à des relativement fortes concentrations de métaux en solution. (Anon 1991)
- Leur activité oxydante peut aussi être inhibée par la présence d'un grand nombre de composés organiques, particulièrement des acides organiques et des aminoacides.
- L'organisme semble être plus abondant dans les environnements de lixiviation en tas que dans les opérations de lixiviation en colonne ou en cuve (Groudev and Groudeva 1993)

Les niveaux absolus de tolérance supportés par *T. ferrooxidans* pour certains métaux dépendent cependant de la souche, de son état physiologique et de son adaptabilité aux différentes conditions de milieu et aux hautes concentrations de métaux en solution, ainsi que sa capacité à oxyder la plupart des sulfures d'intérêt économique, font de cette bactérie l'organisme préféré par les "bio-hydrométallurgistes" pour des applications de biolixiviation industrielle.



**Figure 4** : Observation des bactéries mésophiles au microscope à transmission ( A : *Acidithiobacillus Ferrooxidans* ; B : *Acidithiobacillus Thiooxidans* ; C : *Leptosperillum Ferrooxidans* ) (Nkulu Wa Ngoie 2012).



**Figure 5** : Figure de *Leptospirillum ferrooxidans*. Les barres noires représentent une longueur de 1 micromètre.

- *Leptospirillum ferrooxidans* :

- Due à son incapacité à oxyder le soufre, elle ne peut se développer en présence d'autres sulfures qu'en cultures mixtes avec une bactérie qui oxyde le soufre.
- Elle est fréquemment trouvée dans les systèmes de lixiviation en tas et terrils miniers probablement grâce à sa résistance à des températures qui vont jusqu'à 45°C, en présence de pyrite.
- *L. ferrooxidans* a démontré être moins sensible que *T. ferrooxidans* à l'uranium, à l'argent, au molybdène et au fer ferrique, mais, par contre, elle est plus sensible au cuivre et à l'arsenic (Norris 1988)

- Cultures mixtes :

Un certain nombre de travaux ont montré que des meilleurs rendements d'oxydation sont fréquemment atteints avec des cultures mixtes provenant de sites naturels par rapport à des souches individuelles correspondant aux mêmes espèces.

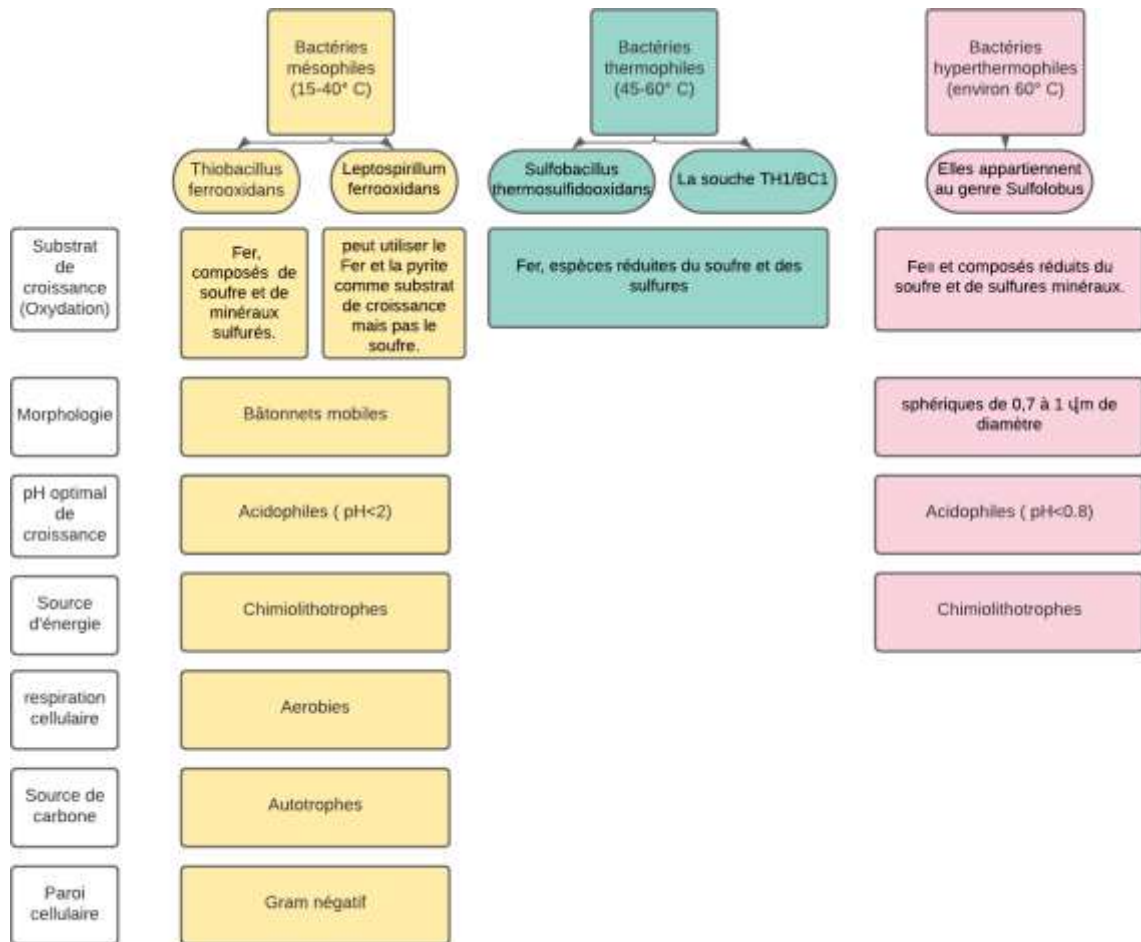
La présence de *Leptospirillum ferrooxidans* dans une culture mixte avec *T. ferrooxidans* peut par exemple, améliorer le rendement d'oxydation d'une pyrite en comparaison à une culture pure à *T. ferrooxidans*. Ceci s'expliquerait par une meilleure tolérance de *L. ferrooxidans* à l'augmentation de l'acidité et aux fortes concentrations de fer ferrique en solution (Norris, 1988). Il a été déjà noté que la phase exponentielle de croissance de *L.ferrooxidans* ne commence qu'à partir du moment où la croissance de *T.ferrooxidans* atteint le plateau stationnaire, ce que lui permet de poursuivre l'oxydation de la pyrite en prenant la "relève".

Des bactéries hétérotrophes pourraient aussi améliorer indirectement l'oxydation bactérienne chimolithotrophe d'un minerai par la consommation et l'utilisation des acides organiques inhibiteurs de la croissance des bactéries autotrophes qui oxydent le fer.

**Hyperthermophile** : La plupart de ce type de bactéries appartient au genre *Sulfolobus*, des archéobactéries différentes des autres bactéries acidophiles.

- Trois espèces différentes sont reconnues : *S. acidocaldarius*, *S. brierleyi* et *S. solfataricus*.

- o En plus de la pyrite, elles oxydent aussi la chalcopryrite, la chalcocite, la pyrrhotite, la pentlandite et la molybdèneite, ce qui explique l'intérêt pour leur application dans des systèmes de biolixiviation de sulfures (Gustavo et al. 2018).



**Figure 6 :** Différentes caractéristiques de bactéries selon leur température optimale de croissance.

Le tableau suivant résume les principaux types de bactéries ainsi que leurs propriétés

**Tableau 4 :** Micro-organismes acidophiles les plus largement étudiés et leurs caractéristiques  
 (« + » signifie que le micro-organisme est capable d'oxyder l'élément, « - » non) d'après  
 Mahmoud et al. (2017) et ..(Johnson et al. 2008)

Micro-organismes		Température optimale (°C)	Ph optimal	Source de Carbone	Oxydation de Fe (II)	Oxydation des sulfures
Bactéries	<b>Acidithiobacillus ferrooxidans</b>	<b>30-35</b>	<b>1.8-2.5</b>	<b>autotrophe</b>	<b>+</b>	<b>+</b>
	<b>Acidithiobacillus thiooxidans</b>	<b>28-30</b>	<b>2-3</b>	<b>autotrophe</b>	<b>-</b>	<b>+</b>
	<b>Acidithiobacillus Caldas</b>	<b>45</b>	<b>2-2.5</b>	<b>Mixotrophe</b>	<b>-</b>	<b>+</b>
	<b>Leptospirillum Ferriphilum</b>	<b>30-37</b>	<b>1.3-1.8</b>	<b>autotrophe</b>	<b>+</b>	<b>-</b>
	<b>Leptospirillum Ferrooxidans</b>	<b>28-30</b>	<b>1.5-3</b>	<b>autotrophe</b>	<b>+</b>	<b>-</b>
	<b>Sulfobacillus Thermosulfidooxidans</b>	<b>45-48</b>	<b>2</b>	<b>Mixotrophe</b>	<b>+</b>	<b>+</b>
	<b>Sulfobacillus Benefaciens</b>	<b>38.5</b>	<b>1.5</b>	<b>Mixotrophe</b>	<b>+</b>	<b>+</b>
Archées	<b>Ferroplasma acidophilum</b>	<b>35</b>	<b>1.7</b>	<b>Mixotrophe</b>	<b>+</b>	<b>-</b>
	<b>Sulfolobus metallicus</b>	<b>65</b>	<b>2-3</b>	<b>autotrophe</b>	<b>+</b>	<b>+</b>

### 2.1.3. Les Micro-organismes en biolixiviation :

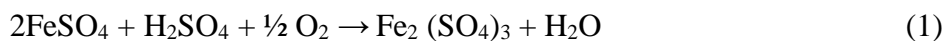
Les micro-organismes utilisés dans la biolixiviation des minerais sont constitués d'un noyau composé de deux chaînes d'ADN qui forme une boucle longue et continue. Elles peuvent avoir des formes variées comme la forme cylindrique (bacillus), la forme sphérique (cocci) et même la forme spirale (vibro ou spirochettes). Le noyau sans membrane (bactéries procaryotes) est entouré d'une matière claire et visqueuse (cytoplasme) qui contient des enzymes solubles, des



nutriments et des précurseurs pour la synthèse des protéines (ARN et ADN). Le cytoplasme est entouré d'un sac membraneux composé d'un complexe lipoprotéique qui forme une barrière semi-perméable qui contrôle l'entrée et la sortie des métabolites de la cellule.

Comme tout organisme, la bactérie a besoin de nutriments pour croître et accomplir ses fonctions métaboliques. Les nutriments sont des substances présentes dans le milieu qui, en passant à travers la membrane cytoplasmique, peuvent être utilisés par la cellule pour la construction du matériel cellulaire ou pour la fourniture d'énergie.

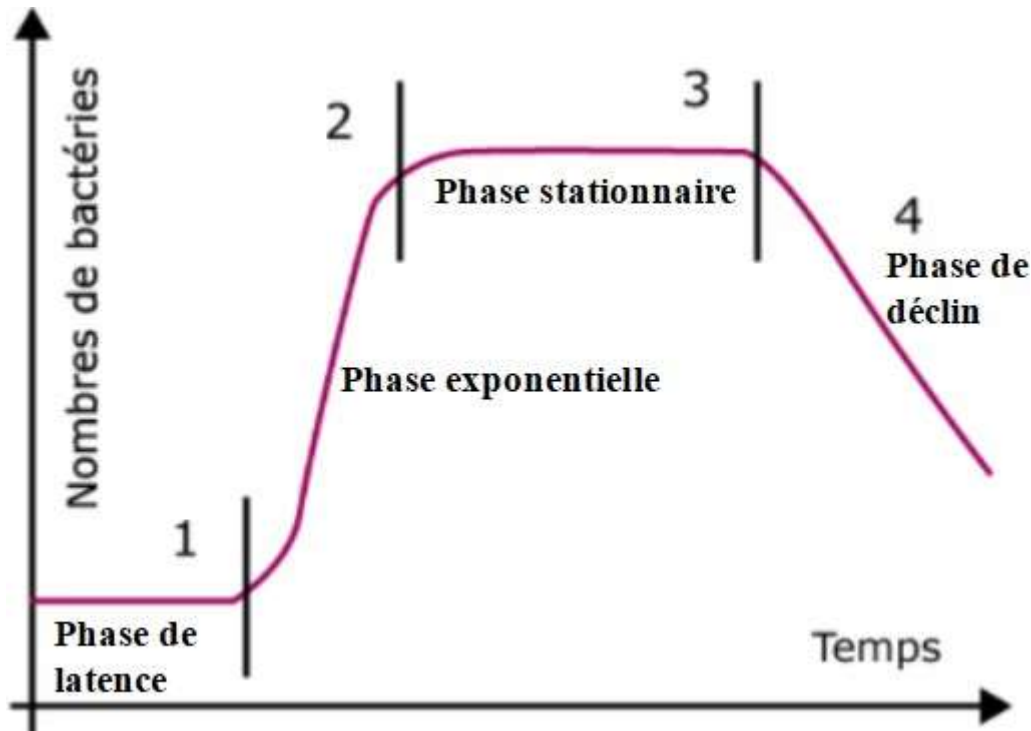
Au laboratoire le milieu de culture utilisé est constitué d'un substrat (minéral sulfuré ou  $\text{Fe}^{2+}$ ) sur laquelle les micro-organismes sont cultivés ou d'une solution nutritive comme le milieu 9K (composition chimique :  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  : 43,3,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  : 3,  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  : 0,5,  $\text{K}_2\text{HPO}_4$  : 0,5,  $\text{KCl}$  : 0,1,  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4(\text{H}_2\text{O})$  : 0,1 avec un pH de 2 utilisé pour la culture des bactéries comme *Acidithiobacillus ferro-oxidans*. Le fer sert dans la croissance de la bactérie comme donneur d'électron. Lorsque le  $\text{Fe}^{2+}$  est oxydé, l'électron libéré est reçu directement par la bactérie depuis la surface externe de son enveloppe et transporté à l'intérieur de la membrane où il réagit suivant la réaction donnée qui forme de l'eau à partir de l'oxygène et des protons  $\text{H}^+$ .



La population bactérienne en culture batch croît par division cellulaire suivant une courbe qui est caractérisée par 4 phases. La première phase appelée « phase de latence » est le temps nécessaire à une population initiale  $N_0$  apportée par l'inoculum de s'adapter au milieu avant de commencer la division cellulaire et sa multiplication. La durée de cette phase dépend de plusieurs facteurs : le type de microorganisme, la composition du milieu de culture, la taille de l'inoculum, les impuretés, la température, etc. La deuxième phase est la « phase exponentielle » qui est caractérisée par la multiplication de la population bactérienne. Chaque cellule se divise en deux cellules identiques, chacune de ces deux cellules produit ensuite deux nouvelles et ainsi de suite.

Après un temps  $t_n$ , on dénombre  $N_n$  cellules =  $2^n N_0$ . La multiplication de la population bactérienne modifie dans le temps la composition du milieu de culture (épuisement de nutriments, changement de pH, etc.) et à un certain moment la vitesse de division cellulaire diminue jusqu' à rendre la croissance bactérienne nulle « phase stationnaire ».

Dans ces conditions, le milieu de culture doit être renouvelé pour éviter la mort des cellules « phase létale » (Samson 2009).



**Figure 7 :** Graphique représentant les phases de la croissance bactérienne (Samson 2009).

## 2.2. Adhésion bactérienne : Notion de biofilm

Il a été prouvé que la plupart des bactéries se développent attachées aux surfaces matérielles sous forme de biofilm indiquant ainsi que les bactéries de lixiviation forment également des biofilms sur les surfaces de sulfure métallique. L'influence des facteurs impliqués dans cette forme de croissance sont devenus d'une grande importance pour une compréhension approfondie du processus de biolixiviation (Sand 2007).

Les biofilms sont des microenvironnements spéciaux où les micro-organismes adhèrent fermement aux surfaces et les uns aux autres grâce à des substances exopolymériques communément appelées SPE ou EPS en anglais (Extracellular Polymeric Substances), qui entourent les cellules et dont la production est même stimulée par la présence d'un substrat approprié et par le processus d'attachement lui-même (Douglas E Rawlings 1997).

Lorsqu'un espace de surface non limitatif est fourni dans les systèmes de lixiviation par l'ajout de minéraux à grains fins, habituellement plus de 80% d'un inoculum disparaît de la solution en quelques heures et s'attache à la surface des minéraux, ce qui rend leur dénombrement très difficile, surtout s'ils se développent à l'intérieur des pores des particules (Sand 2007).

### **2.2.1. Définition des EPS (Substance polymériques extra-cellulaires)**

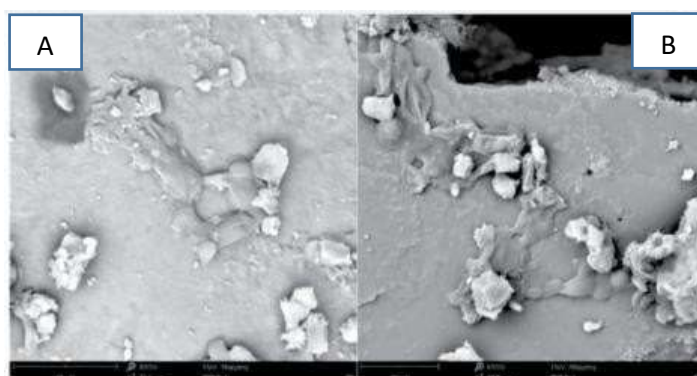
Les EPS microbiens sont des polymères biosynthétiques (organiques) ou biopolymères qui sont responsables dans les biofilms de la cohésion des cellules et leur adhésion sur des substrats. Les EPS sont de plusieurs types : les polysaccharides sont considérés comme leur principale composante. Néanmoins, des protéines, des acides nucléiques et des phospho-lipides ont également été recensés.

Les EPS jouent un rôle important dans la stabilité des biofilms, les processus de lixiviation, de corrosion, de détérioration et de sorption d'éléments tels que les métaux. Ils sont également responsables de la résistance des micro-organismes à certains biocides, ils permettent la fixation et l'accumulation dans des biofilms de cations tels que  $\text{Ca}^{2+}$  ou  $\text{Mg}^{2+}$ , mais aussi des éléments tels que le plomb, le zinc, le cadmium, le fer, le cobalt, ~~l'uranium~~ le césium, le strontium, le technétium et le gadolinium qui pour certains sont des polluants très toxiques.

Une des fonctions importantes attribuées aux EPS est leur rôle de protection des micro-organismes contenus dans le biofilm contre les attaques biotiques et abiotiques de ~~l'environnement~~. Cette structure permet aussi d'améliorer les capacités bactériennes. Par exemple, elle peut faciliter la dégradation des substances difficilement biodégradables (Garrido, Michel, and Morin 2002).

Dans certains cas, ces composés exopolymériques empêchent l'utilisation de techniques de dénombrement directes telles que la microscopie à épifluorescence, car les anticorps fluorescents ne sont pas capables de réagir avec les bactéries à l'intérieur du biofilm.

Un exemple de la fixation bactérienne sur un substrat solide est illustré à la figure 2. L'image obtenue par microscopie électronique à balayage (MEB) montre une zone de la surface d'un granule de soufre élémentaire colonisé par des cellules de *T. ferrooxidans*. Une couverture microbienne et des crevasses présentes à la surface de la particule de soufre.



**Figure 8** : Images MEB d'apatite (A) et de dolomite (B) provenant du minerai de Djebel Onk, montrant l'adsorption de *C. albicans* sur la surface des minéraux après incubation à pH 3, 5 ou 9,5 (à 28 °C pendant 20 minutes) (Rabia et al. 2019).

### 2.2.2. Site d'attachement

Les EPS remplissent et structurent le vide entre la membrane externe (des cellules) et la couche de surface (du sulfure métallique) grâce à leur composition (sucres, lipides, acides uroniques et acides uroniques et ions de fer). Ainsi, ils forment l'espace de réaction où se produit le processus de dissolution.

Dans le cas de sulfures métalliques insolubles dans l'acide comme la pyrite, qui ont besoin d'une attaque oxydante par des ions de fer(III) pour la dissolution, les ions fer(III) complexés par l'EPS doivent remplir cette fonction.

En outre, compte tenu de l'utilisation des ions de fer(III) et de la nécessaire (ré)oxydation du fer(II), un électron est nécessaire à la dissolution de la pyrite, un transport d'électrons de la surface de la pyrite vers les complexes protéiques oxydants du fer(II) de la membrane externe de la bactérie puis vers la membrane cytoplasmique doit être postulé.

Actuellement, l'explication la plus probable est basée sur deux hypothèses plausibles. Pour réduire les ions de fer(III), on suppose tout d'abord que les électrons provenant de la pyrite (donneur) peuvent atteindre par effet tunnel l'ion de fer(III) complexé à l'EPS le plus proche (accepteur), à moins que l'ion de fer(III) soit déjà en contact physique avec la surface de la pyrite et qu'une réduction directe puisse se produire.

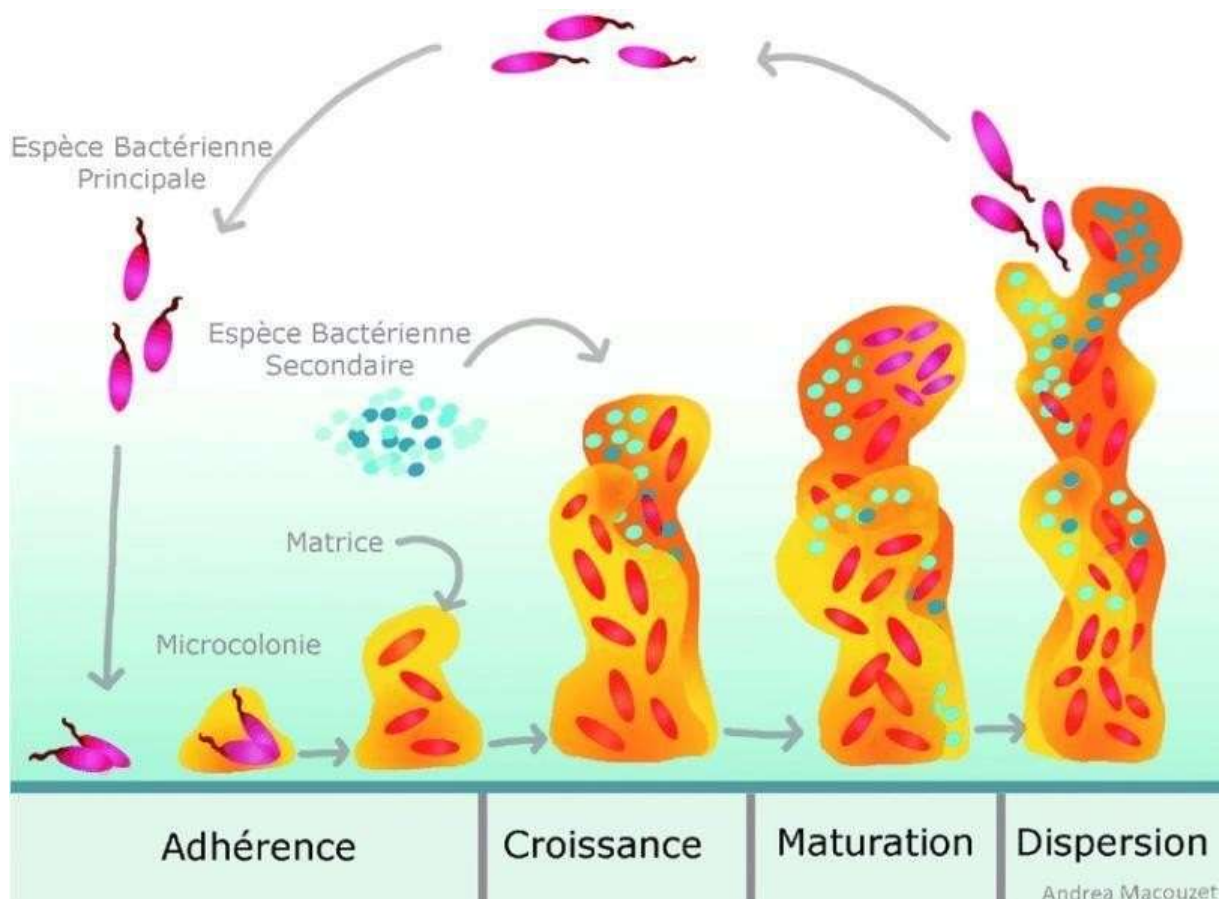
La distance maximale pour le passage des électrons par effet tunnel et, par conséquent, pour la réduction des ions fer(III) complexés, est d'environ 2 nm. Par conséquent, les ions fer(II) produits par le transfert cathodique d'électrons sont libérés de leurs chélateurs EPS.

### 2.2.3. Adhésion et fixation des bactéries aux surfaces minérales

L'attachement des bactéries à un minéral peut être divisé en deux étapes :

- L'attachement initial, qui est régi par les propriétés de la surface du minéral et de la bactérie.
- L'attachement spécifique, qui est la croissance d'appendices ou de protéines (EPS) qui ancrent la bactérie à la surface. L'attachement initial peut être réversible ou irréversible (Douglas E Rawlings 1997).

La figure 9 illustre les principales étapes de la formation d'un biofilm :



**Figure 9** : Étapes principales de la formation d'un biofilm (Yannick DN Tremblay, Skander Hathroubi, Mario Jacques, 2014)

➤ **Exemple : *Acidithiobacillus ferrooxidans*:**

Dans le cas des cellules d'*A. ferrooxidans* qui se développent attachées sur de la pyrite, il a été démontré que ces EPS étaient composées des sucres glucose, rhamnose, fucose, xylose, mannose, acides gras saturés C12 à C20, de l'acide glucuronique et des ions de fer(III).

Une des raisons de l'adhésion des *A. Ferrooxidans* à la surface des sulfures métalliques est l'existence d'une interaction principalement électrostatique entre les cellules chargées positivement (deux moles de résidus d'acide glucuronique chargés négativement, une mole d'ions fer(III) chargés positivement, ce qui en résulte une charge positive nette pour l'ensemble) avec la pyrite chargée négativement (au niveau de l'extrémité de la cellule).

Cependant, lorsque l'adhésion bactérienne passe à des étapes de liaisons spécifiques et serrées/interactions de surface dans l'ordre de 10 à 20 nm entre la membrane externe bactérienne et la surface de sulfure métallique, des interactions non ioniques plus intimes peuvent contribuer de manière significative à la liaison entre les bactéries et les minéraux par l'intervention des EPS.

Il a été clairement démontré que *A. ferrooxidans* ainsi que *L. ferrooxidans* possèdent un système chimiosensoriel - chimiotaxie (les cellules bactériennes de lixiviation sont attirées vers les sites de dissolution par leur système sensoriel chimiotactique et déterminent les anodes et les cathodes sur la surface du sulfure métallique pour qu'elles deviennent permanentes et commencent ainsi la dissolution. Le site d'attachement, s'il est similaire au mécanisme des bactéries sulfato-réductrices, est probablement la cathode (Sand 2007).

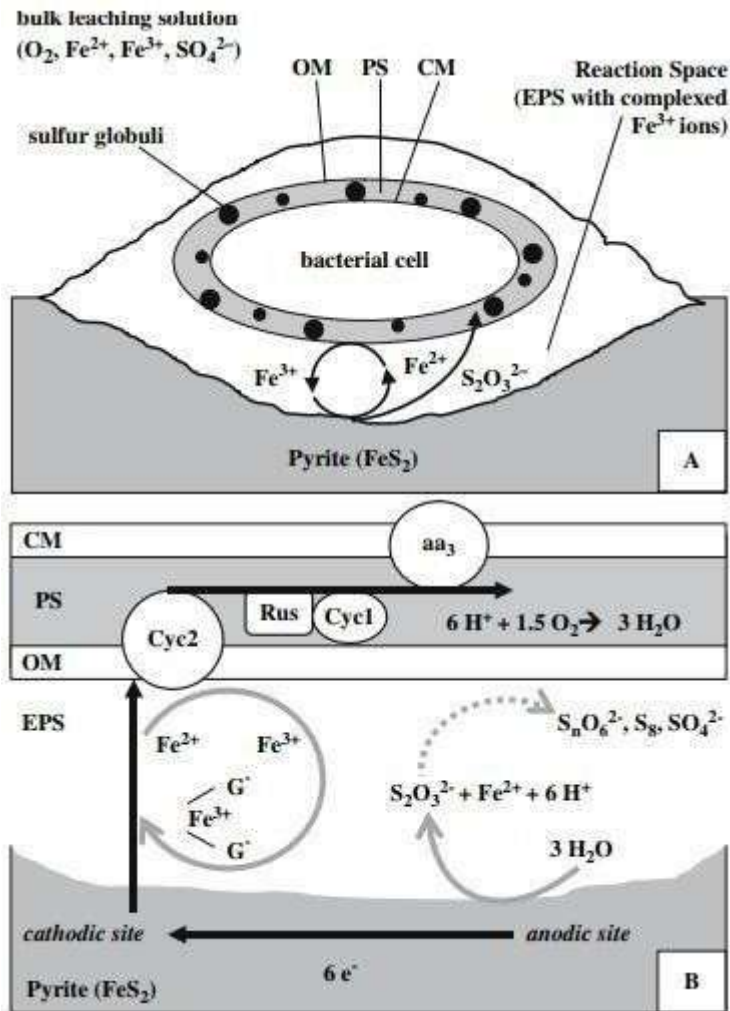
Les bactéries sont capables d'adapter leurs EPS en fonction des conditions de croissance.

(A) Vue d'ensemble, montrant la cellule bactérienne encastrée dans ses substances polymères extracellulaires (EPS). Les positions de la membrane cytoplasmique (CM), de l'espace périplasmique (PS) et de la membrane externe (OM) sont indiquées.

(B) Détail du transport des électrons de la pyrite à l'oxygène moléculaire (flèches noires). Les électrons sont extraits par les ions fer(III) complexés par les résidus d'acide glucuronique situés dans l'EPS. Les ions fer(II) résultants sont libérés du complexe et (ré)oxydés par le cytochrome C<sub>yc2</sub> (cercle gris). Les électrons sont ensuite transférés via la rusticyanine (Rus) et/ou le cytochrome C<sub>yc1</sub> à la cytochrome c oxydase. Après 6 extractions d'un électron, la partie soufrée de la

pyrite est libérée sous forme de thiosulfate qui est oxydé en soufre élémentaire et en sulfate par l'intermédiaire de polythionates.

On peut supposer que ces anodes ou cathodes locales sont les sites vers lesquels les cellules sont chimiquement attirées (Kawatra 2007).



**Figure 10:** Modèle pour le mécanisme de contact catalysé par une cellule de *A. ferrooxidans*.

## 2.3. Mécanismes de biolixiviation

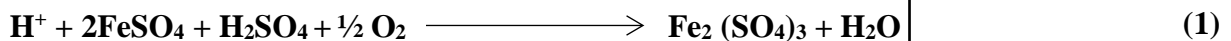
### 2.3.1. Biolixiviation de minerais à l'aide de micro-organismes acidophiles

La biolixiviation est la transformation biologique d'un composé métallique insoluble en une forme soluble dans l'eau. Dans le cas de la biolixiviation des sulfures métalliques, les sulfures métalliques sont oxydés en ions métalliques et en sulfate par des bactéries ou des archées aérobies et acidophiles oxydant le Fe(II) et/ou les composés sulfurés. La biolixiviation implique des réactions chimiques et biologiques.

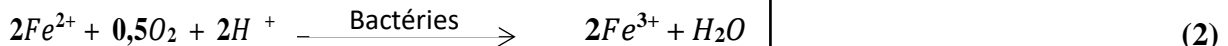
Bien que l'oxygène moléculaire soit l'accepteur final d'électrons pour le processus global de biolixiviation des sulfures métalliques, les ions Fe(III) sont l'agent oxydant pertinent pour les sulfures métalliques.

L'oxydation des sulfures métalliques est elle-même un processus chimique dans lequel les ions Fe(III) sont réduits en ions Fe(II) et la partie soufre du sulfure métallique est oxydé en sulfate et en divers composés sulfurés intermédiaires (Sand 2007).

Le fer sert dans la croissance de la bactérie comme donneur d'électron. Lorsque le Fe<sup>2+</sup> est oxydé, l'électron libéré est reçu directement par la bactérie depuis la surface externe de son enveloppe et transporté à l'intérieur de la membrane où il réagit suivant la réaction 1 qui forme de l'eau à partir de l'oxygène et des protons :



La régénération du fer ferrique se fait par la bactérie comme suit :



Les mécanismes de biolixiviation les plus décrits dans la littérature sont les mécanismes direct et indirect.

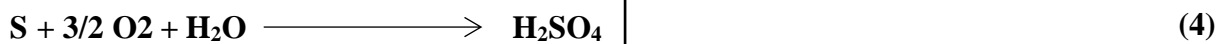


### 2.3.2. Mécanisme de contact direct :

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.



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 par l'équation chimique (3) 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 4. (L'oxydation des composés réduits du soufre (sulfure  $\text{S}^{2-}$ , thiosulfate  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  ou soufre  $\text{S}^0$ )



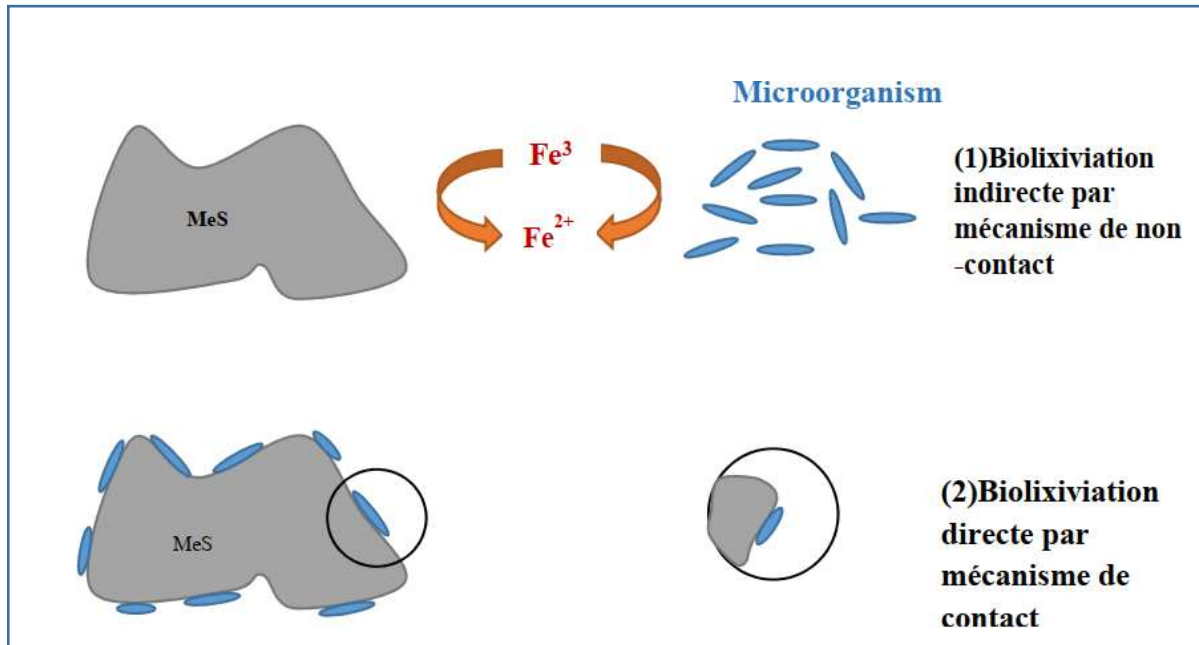
### 2.3.3. Mécanisme de non contact :

Les bactéries portant du  $\text{Fe}^{+3}$  lié à leurs exopolysaccharides (PES) adhèrent à la surface du minéral pour former un biofilm. Ce contact étroit de la bactérie avec le minéral rend plus efficace et spécifique l'oxydation des sulfures en concentrant les ions  $\text{Fe(III)}$  à proximité de la surface, pour faciliter l'oxydation. Cette oxydation se fait de manière indirecte : 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 :

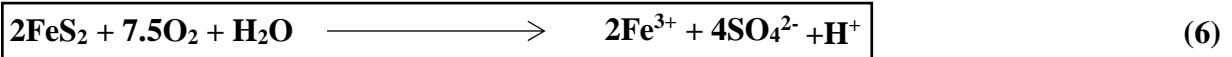


La bactérie régénère constamment le fer ferrique en solution par la réaction catalytique (1) et le soufre formé par la réaction est, comme dans le premier mécanisme, oxydé par la bactérie en acide sulfurique (Samson 2009).

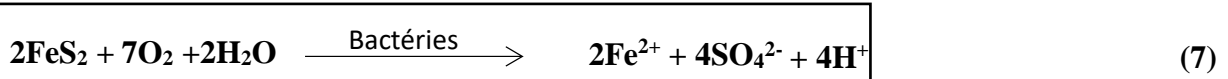


**Figure 11:** Mécanismes de contact et de non contact de la biolixiviation.

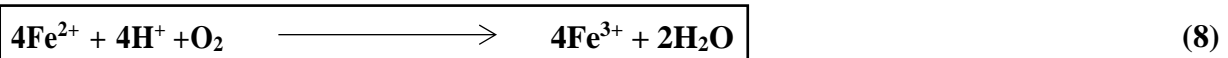
Dans le cas de la pyrite, il est admis que le mécanisme direct résulte d'une réaction dont la formule générale est :



- L'oxydation indirecte commence par l'oxydation aqueuse de la pyrite en milieu acide :



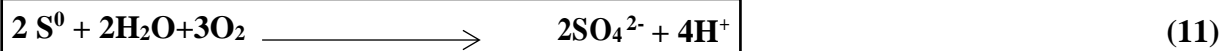
- Le fer ferreux provenant de cette réaction est ensuite oxydé par les micro-organismes selon la réaction :



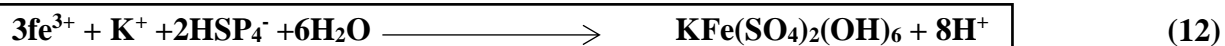
- Et le sulfate ferrique ainsi produit, peut ensuite oxyder la pyrite:



- Le sulfate ferreux et le soufre élémentaire formés par ces deux dernières réactions chimiques sont oxydés par les bactéries en régénérant ainsi le fer ferrique (10) et l'acide sulfurique (9):



Cependant, des concentrations importantes en fer ferrique et sulfate en solution, ainsi que des valeurs du potentiel d'oxydoréduction supérieures à 400 mV /ECS entraînent la formation de précipités de type jarosites  $\text{XFe}_3(\text{SO}_4)_4(\text{OH})_6$  dont X peut être constitué par  $\text{Na}^+$  (natrojarosite),  $\text{K}^+$  (potassium jarosite),  $\text{NH}_4^+$  (ammoniojarosite), ou  $\text{H}^+$  (hydronium jarosite) même à des valeurs de  $\text{pH} < 1,5$ . La formation de ces précipités peut donc conduire à la perte de composés nutritifs en solution,  $\text{K}^+$  et  $\text{NH}_4^+$  notamment :



La formation de précipités conduit régulièrement à une augmentation importante de l'acidité du milieu (Gustavo et al. 2018).

En général, la lixiviation est réalisée par une combinaison de processus d'attaque et d'oxydation par les protons. Le choix de l'une de ces deux voies est spécifique au minéral. La solubilité dans l'acide des sulfures métalliques est le critère le plus pertinent pour ce choix. Cette dernière propriété est déterminée par la configuration électronique. Les sulfures métalliques dont les bandes de valence proviennent uniquement des orbitales des atomes métalliques ne peuvent pas être attaqués par les protons (sulfures métalliques insolubles dans les acides). En revanche, les sulfures métalliques dont les bandes de valence sont dérivées à la fois des orbitales de l'atome de métal et de l'atome de soufre sont plus ou moins solubles dans les acides (sulfures métalliques).

A partir de ceci, nous pouvons classer la lixiviation des sulfures en deux voies selon la solubilité des sulfures métalliques :

➤ **Lixiviation des sulfures de métaux acido-insolubles (mécanisme thiosulfate)**

Les représentants du groupe des sulfures métalliques insolubles dans l'acide, tels que la pyrite ( $\text{FeS}_2$ ), la molybdénite ( $\text{MoS}_2$ ) et la tungsténite ( $\text{WS}_2$ ), nécessitent un processus d'oxydation pour être dissous.

Les liaisons chimiques entre l'atome de soufre et l'atome de métal ne se brisent pas avant qu'une succession d'étapes d'oxydation à un électron n'aient été réalisées et que le thiosulfate soit libéré. Dans des conditions de biolixiviation, l'ion de fer(III) est le seul oxydant pour cette réaction, il est donc par conséquent réduit en ion de fer(II) en recevant les électrons de la bande de valence principalement des atomes métalliques du sulfure métallique. Selon son premier composé de soufre libre, ce mécanisme est appelé "voie du thiosulfate".

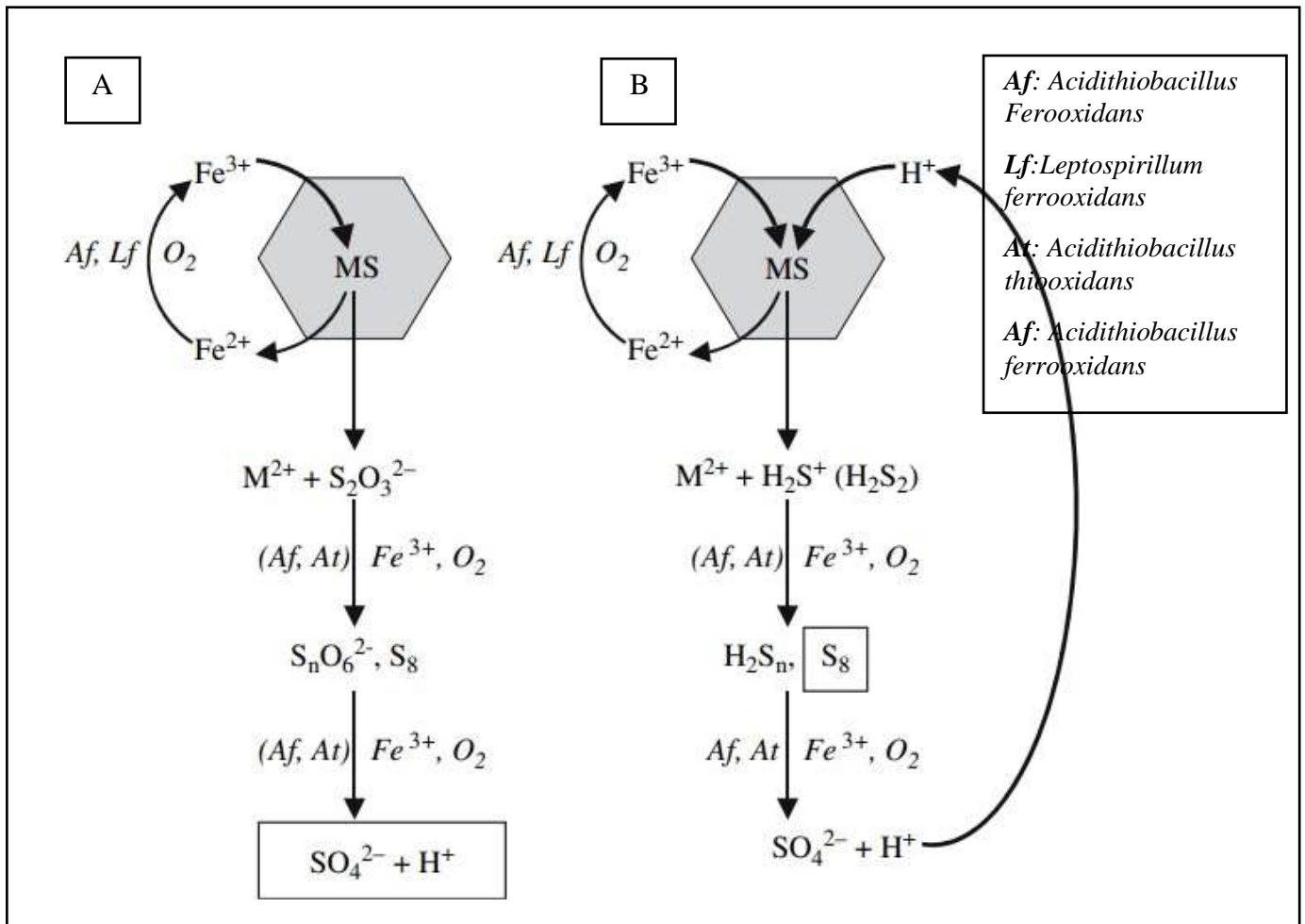
Seules les bactéries oxydant le fer(II) telles que *A. ferrooxidans* et *L. ferrooxidans* sont capables de lixivier des sulfures métalliques insolubles dans des conditions acides. Ces bactéries sont capables de régénérer les ions de fer(III) consommés dans les processus d'oxydation initiaux (car lorsque dans un Ph acide les ions Fe (II) ne sont pas convenablement oxydés en absence d'oxygène) : Lixiviation bactérienne uniquement et absence de phénomène de protonation.

Dans des conditions acides, en l'absence de bactéries et en l'absence de quantités détectables d'ions fer(III), les taux de lixiviation de la pyrite sont considérablement réduits. Mais aussi dans ces conditions le mécanisme du thiosulfate semble être efficace, bien que les réactions ultérieures du thiosulfate puissent s'écarter de celles mentionnées ci-dessus.

➤ **Lixiviation des sulfures de métaux acido-solubles (mécanisme polysulfure)**

Il s'agit d'une chaîne de réactions en milieu acide, où les ions ferriques issus de l'activité bactérienne (*Acidithiobacillus ferrooxidans* et *Leptospirillum ferrooxidans*) coopèrent avec les protons et le soufre élémentaire en présence de l'oxygène. Les bactéries oxydent le fer ferreux en fer ferrique qui sera utilisé pour oxyder à son tour le sulfure métallique, l' $H_2S$  produit va contribuer à la production du soufre élémentaire qui, par le biais biologique sera oxydé.

Elle est appliquée pour les minéraux acido-solubles tels que la sphalérite et la Galène.



**Figure 12:** Schéma des deux voies de (bio)lixiviation des sulfures métalliques, le thiosulfate (A) et le polysulfure (B) (Schippers et al., 1996 ; Schippers & Sand, 1999).

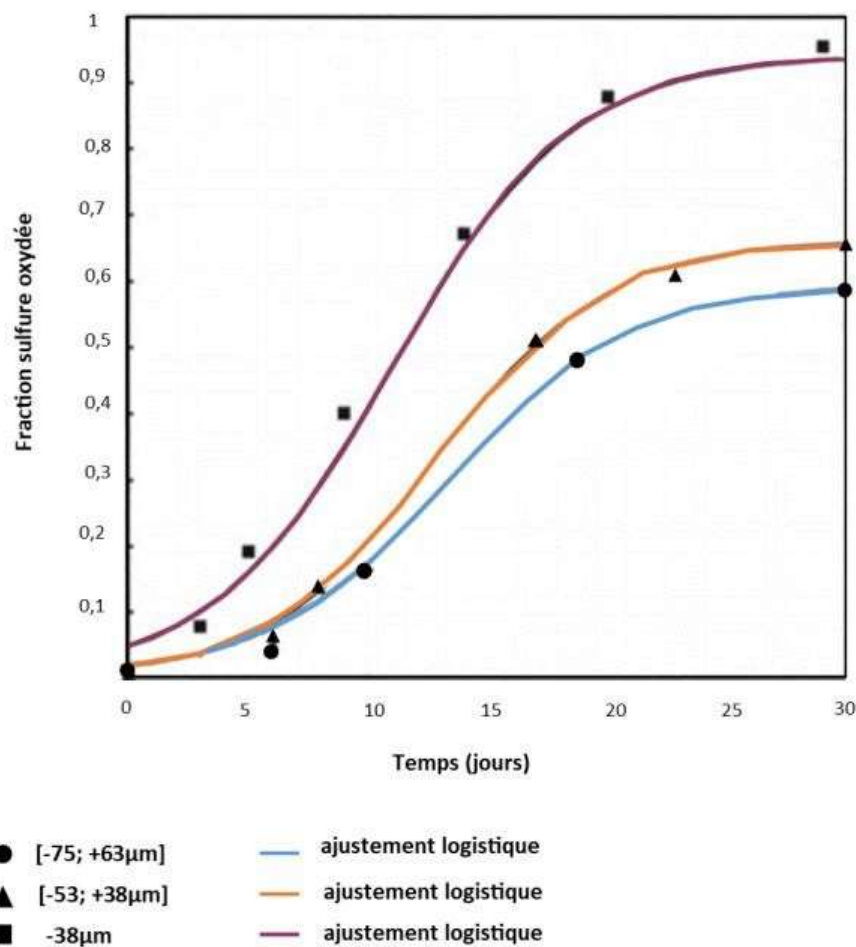
Dans le cas des sulfures métalliques solubles dans l'acide (B), une attaque supplémentaire est effectuée par les protons. Les composés soufrés libérés sont oxydés de manière abiotique et également par des bactéries oxydant les composés soufrés telles que *A. ferrooxidans* et *A. thiooxidans* (*Af*, *At*). Lorsque les réactions sont principalement abiotiques, la contribution des bactéries est mise entre parenthèses.

Les principaux accepteurs d'électrons des réactions d'oxydation, autres que l'attaque initiale du fer(III) sont indiqués à l'emplacement droit des flèches. Les principaux produits de réaction qui s'accumulent en l'absence d'oxydants composés de soufre sont mis dans des boîtes, c'est-à-dire l'acide sulfurique dans (A) et le soufre élémentaire dans (B).

## 2.4. Modélisation de la biolixiviation

### 2.4.1. Modèles basés sur les micro-organismes attachés

Le mécanisme direct a été utilisé par plusieurs chercheurs pour développer des modèles de biolixiviation de la pyrite. Konishi et ses collaborateurs ont développé un modèle supposant que les micro-organismes attachés lixivient directement le minéral sulfuré. Ils ont montré que les équations développées s'adaptent avec succès aux données de la biolixiviation par lots de la pyrite et du concentré de sulfure de zinc.



**Figure 13:** Biolixiviation en discontinu de trois fractions de taille différente d'un concentré de pyrite (Hansford 1997).

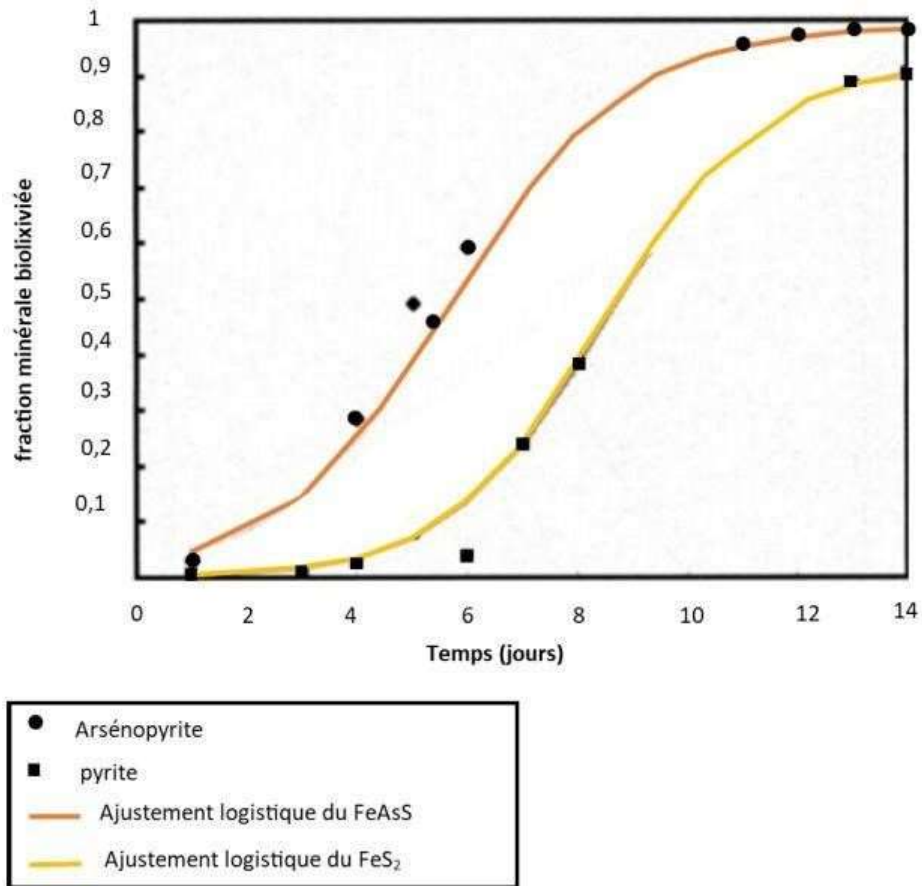
Le modèle suppose une adsorption rapide des bactéries à la surface du minéral sulfuré (selon une isotherme d'adsorption de Langmuir). La cinétique de la croissance bactérienne est

supposée être proportionnelle à la concentration de bactéries attachées et à la zone de surface minérale inoccupée.

Pour le cas de la biolixiviation du concentré de zinc, ils incluent l'étape de lixiviation ferrique selon une cinétique de premier ordre (Ils n'utilisent pas la cinétique du potentiel redox ni la cinétique de la concentration en fer ferreux pour la croissance bactérienne). Cependant, leur modèle a pu s'adapter à leurs données expérimentales en batch pour la pyrite et le concentré de zinc.

Nagpal et al ont étudié la biolixiviation d'un concentré d'arsénopyrite-pyrite dans un bioréacteur continu dans lequel les taux d'utilisation de l'oxygène et du dioxyde de carbone ont été mesurés. Ils ont supposé que la lixiviation de la pyrite et de l'arsénopyrite se produisait uniquement par oxydation chimique du fer ferrique des minéraux avec un taux dépendant de la différence entre le potentiel redox de la solution de lixiviation et les potentiels de repos des minéraux. Leur modèle suppose que la croissance bactérienne était directement proportionnelle aux taux d'oxydation ferreuse et ils ont utilisé la cinétique de Monod modifiée pour inclure l'inhibition de la croissance bactérienne par l'arsenic en solution.

Ceux-ci ont supposé que les bactéries attachées et non attachées contribuent à l'oxydation du fer ferreux. Ils n'ont pas inclus l'oxydation bactérienne des espèces sulfureuses dans leur modèle.



**Figure 14:** Biolixiviation en discontinu d'un concentré d'arsénopyrite-pyrite (Geoffr.

La croissance bactérienne est directement proportionnelle à l'oxydation du fer ferreux :

$$r_x = -Y_{sx} r_{Fe^{2+}} \quad (13)$$

Avec le taux d'oxydation du fer ferreux tel que:

$$-r_{Fe^{2+}} = \frac{c_x q_{Fe^{2+}}^{max}}{1 + \frac{K_S}{[Fe^{2+}]} + \frac{K_S [As(V)]^2}{K_i [Fe^{2+}]}} \quad (14)$$

Et les taux de lixiviation ferrique de la pyrite:

$$-r_{FeS_2} = \xi_{FeS_2 a_{FeS_2}}^{max} [FeS_2] (Eh - E_{FeS_2}) \quad (15)$$

et de l'arsénopyrite

$$-r_{FeAsS} = \xi_{FeAsS}^{max} a_{FeAsS} [FeAsS] (Eh - E_{FeAsS}) \quad (16)$$

respectivement.



## 2.5. Impact des procédés de biolixiviation sur l'environnement

Un grand nombre d'articles ont fait référence aux avantages potentiels de la lixiviation bactérienne par rapport aux procédés traditionnels. Les premières références ont parfois déduit à tort qu'en tant que concept plus simple, la lixiviation bactérienne était inévitablement une alternative moins coûteuse. Les technologies d'oxydation sous pression et de haute température ont fait leurs preuves dans le domaine technique et sont privilégiées. Cela a conduit à la restriction de la lixiviation bactérienne aux projets de lixiviation en tas ou de lixiviation in situ sur des matériaux à faible teneur. La présence d'un certain nombre d'exploitations commerciales de réservoirs de lixiviation biologique a démontré la viabilité technique et économique du procédé bactérien. De plus, les restrictions environnementales éliminent maintenant les options de fusion ou de grillage sur de nombreux projets, ce qui réduit le champ des choix de procédé.

Les raisons pratiques actuelles pour envisager la lixiviation bactérienne pour les projets d'or ou de métaux de base, telles que données par les opérateurs potentiels, peuvent être énumérées comme suit :

- Des produits finis plus stables et plus désirables pour l'environnement sont obtenus. Pour le traitement des minerais d'or réfractaires arsenicaux, l'arsenic est stabilisé par précipitation au lieu d'un sous-produit arsénié impur provenant du grillage, difficile à éliminer, coûteux à purifier et généralement invendable.
- Les délais d'exploitation sont plus courts en adoptant la technologie de la lixiviation bactérienne puisque le délai d'obtention des permis environnementaux peut être plus court.
- Le coût et le temps de surveillance et de déclaration des déchets sont pour la plupart du temps réduits par les procédés de lixiviation bactérienne.
- Les coûts d'investissement et d'exploitation peuvent être plus faibles. Cependant, le procédé est sensible au coût de l'énergie pour l'alimentation en air et, dans le cas des métaux de base, le coût de l'électricité pour le traitement en aval si l'extraction par solvant et l'extraction électrolytique sont à envisager.
- La lixiviation bactérienne peut avoir une double fonction en libérant les métaux de base précieux dans la solution et en récupérant des valeurs aurifères dans le résidu par cyanuration. Ceci est d'un intérêt particulier pour la lixiviation des concentrés de chalcopirite aurifères.

- Les besoins en équipement en termes d'agitation, de réservoir et d'aération, ainsi que les systèmes de contrôle sont relativement peu sophistiqués. Cela rend la technologie appropriée aux environnements où il y a peu de soutien en termes de personnel qualifié et de pièces de rechange pour la maintenance.
- Le procédé modéré à base de thermophiles a démontré une robustesse dans laquelle l'inertie du système se traduit par un processus "indulgent", capable de faire face à un large éventail de fluctuations du processus.
- L'opérateur a un meilleur contrôle sur place de la production finale de métal, par opposition à la production d'un concentré destiné à être transporté vers une fonderie sous contrat hors site. La filière financière peut également être raccourcie et plus prévisible avec la lixiviation bactérienne.
- La lixiviation bactérienne est assez polyvalente pour accepter une variété de teneurs de tête en termes de valeurs de sulfure et de variations minéralogiques sur une période de temps. Cela la rend plus flexible pour l'exploitation d'un gisement dans lequel des variations de la minéralogie des sulfures peuvent se produire.
- La lixiviation bactérienne peut accepter une teneur en sulfure du concentré plus faible que les technologies concurrentes, ce qui conduit souvent à une récupération plus élevée de quelques pour cent dans la production de concentré.
- Conceptuellement, la liqueur bactérienne acide finale produite peut être un lixiviant utile pour la lixiviation en tas de matériaux sulfurés ou oxydés à faible teneur. Ce site peut également compenser le coût de la neutralisation de la liqueur finale qui est nécessaire pour produire un précipité ferrique approprié à l'élimination.
- Lorsqu'on utilise des organismes thermophiles, il est possible de tirer parti de l'effet catalytique de la température sur le taux de réaction et une plus faible charge thermique doit être retirée du système exothermique pour maintenir une température fixée au-dessus des conditions ambiantes.
- Pour le traitement des minerais d'or réfractaires, on dispose d'un plus grand contrôle pour minimiser l'oxydation nécessaire à l'exposition des valeurs aurifères pour la récupération réduisant ainsi les besoins en oxygène pour l'oxydation. De même, lors de l'utilisation d'organismes thermophiles pour extraire les métaux de base, il peut exister un potentiel pour la formation d'intermédiaires sulfurés plutôt que d'acide sulfurique,

réduisant ainsi les besoins d'aération et les coûts de neutralisation (Douglas E Rawlings 1997).

Bien que la biolixiviation ait de nombreux avantages, celle-ci a quelques inconvénients qui sont des paramètres à surveiller et qui nécessitent beaucoup de précision. Les trois flux de matière à prendre en compte sont : la biomasse, la phase liquide et le déchet solide.

- La biomasse est en majorité détruite lors de la neutralisation de la pulpe de biolixiviation. Tout rejet liquide ou solide étant opéré à pH neutre constitue un milieu non viable pour les micro-organismes de la biolixiviation qui sont, rappelons-le, des acidophiles extrêmes. Par ailleurs, aucun caractère pathogène pour l'homme n'a jamais été mis en évidence et leurs sources d'énergie, sulfures métalliques et fer ferreux, limitent considérablement le risque de prolifération.
- L'effluent liquide doit, pour des raisons d'économie de taille d'équipement et de consommation d'eau, être, autant que faire se peut, recyclé. Le taux de recyclage est limité par l'accumulation en solution de métaux Mg, Al, Na, SiO<sub>2</sub>, etc., qui peuvent inhiber la croissance des micro-organismes (mais ceux-ci sont très tolérants), et surtout entraver les opérations de récupération sélective des métaux de valeur. La mise aux normes des eaux de rejet se fait de façon classique par traitements adaptés des composés gênants et par dilution.
- Les résidus solides représentent le rejet le plus sensible. En effet, les résidus de la biolixiviation sont des produits très fins, soit restés inattaqués (gangue siliceuse, sulfures, etc.), soit des précipités de composés (hydroxydes et oxydes) résultant de la neutralisation, dont la stabilité ne pose pas de problème particulier lorsque le sulfure d'origine est seulement de la pyrite, mais doit être évaluée avec attention en présence d'arsenic. Il faut savoir que les oxydes d'arsenic associés au fer et à ses hydroxydes, composés amorphes, ne sont stables que lorsque le rapport molaire Fe/As des précipités est supérieur à 4. Il faut donc, dans le cas du traitement de matière arsénopyriteuse, tendre à concevoir le procédé pour que le rapport Fe/As de la phase oxydée respecte cette valeur. Par ailleurs, dans tous les cas, le rejet solide doit être déposé dans une digue à stérile sous eau, qui sert de décanteur et permet de récupérer l'eau de transport de la pulpe. Un tel dispositif permet aussi de limiter les risques de poursuite de l'oxydation des sulfures résiduels en empêchant l'accès de l'oxygène de l'air et de gérer les afflux

d'eau de pluie. En fin d'exploitation, le dépôt est recouvert pour éviter des infiltrations d'eau et l'entraînement de particules de résidu hors du site.

Signalons enfin que la détoxification du cyanure est, par les divers moyens, industriellement parfaitement éprouvée ; par ailleurs le cyanure est un réactif très biodégradable (Morin and Kelly 2001)

Aussi, les micro-organismes acidophiles mobilisent les métaux et génèrent des DMA, causant de graves problèmes environnementaux. Le DMA doit être assaini ou supprimé. Il s'agit souvent de sceller les sites contaminés ou de placer des barrières pour contenir les fluides acides. Cependant des solutions sont possibles afin de traiter ces drainages acides. De nombreuses approches utilisent des techniques de prévention pour éviter tout nouveau déversement d'effluents acides dans la zone contaminée. Il peut être contrôlé par des traitements chimiques tels que l'utilisation d'oxyde de calcium qui neutralise le pH acide. Il est également possible d'inhiber les micro-organismes acidophiles responsables de la production d'acide. Cela peut être fait en utilisant certains acides organiques, le benzoate de sodium, le sodium lauryl sulfate de sodium, ou des composés d'ammonium quaternaire qui affecteront la croissance de bactéries telles que *A. ferrooxidans* (Jerez 2011).

## **2.6. Economie des procédés de biolixiviation**

La biolixiviation connaît deux secteurs d'activités où son développement industriel donne une mesure de sa fiabilité économique. Le premier concerne le traitement de ressources trop pauvres pour être exploitées par des voies traditionnelles de concentration par voie physique (minerais de cuivre et d'or) ou de lixiviation en réacteur (minerai d'uranium). C'est le domaine de la lixiviation statique.

Il n'y a pas de données économiques faisant une comparaison de procédés puisqu'il n'y a pas d'alternative. En revanche, le second, domaine de la biolixiviation dynamique, ou en réacteur, aux coûts très significatifs, a dû être comparé aux procédés existants pour pouvoir être adopté industriellement. Les procédés plus conventionnels sont le grillage et la lixiviation chimique.

Pour comparer les trois principaux procédés utilisés dans le traitement de minerai (grillage, lixiviation sous pression et biolixiviation), les critères à prendre en considération sont les suivants :

- Coûts d'investissement : équipements et construction ;

- Coûts opératoires : énergie, réactifs et personnel ;
- Revenus ;
- Impact sur l'environnement ;
- Degré de qualification du personnel requis ;
- Antécédent technologique et fiabilité d'extrapolation.

Kontopoulos et Stefanakis ont établi pour le traitement de 100 000 tonnes de concentré d'or réfractaire la comparaison des coûts (en mégadollars US) entre les trois procédés (tableau 1). On observe que les coûts d'investissements sont nettement plus bas pour le procédé de biolixiviation que pour les procédés de grillage et de lixiviation sous pression. Par contre, les coûts opératoires du grillage sont plus bas que ceux de la lixiviation sous pression et de la biolixiviation pour des revenus annuels équivalents. À gain à peu près équivalent, il apparaît donc que la biolixiviation peut l'emporter du fait de sa simplicité de mise en œuvre et de conduite. À l'heure actuelle, la lixiviation bactérienne par voie statique est significativement présente dans le domaine de la production du cuivre en Amérique du Sud (au Chili surtout) et en Amérique du Nord (aux États-Unis). On estime qu'elle est à l'origine de 15 à 20 % de la production mondiale de cuivre. La biolixiviation dynamique concerne à l'heure actuelle essentiellement les minerais d'or réfractaires. Il existe des installations industrielles en Afrique du Sud (Fairview Mine), au Ghana (Sansu), au Brésil (Sao Bento) et en Australie (Wiluna, Harsbourg Lights, Youanmi). Par contre, l'or produit via la biolixiviation reste encore tout à fait minoritaire (quelques pour-cent de la production mondiale totale d'or) (Morin and Kelly 2001).

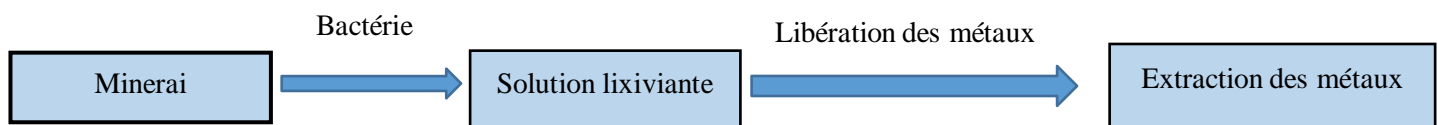
**Tableau 5** : Coûts comparés (M\$ US) des trois principaux procédés de prétraitement des minerais d'Or réfractaires pour 100000t traités .

Procédé	Coûts d'investissement	Coûts opératoires annuels	Revenus annuels
Biolixiviation	1.0	9.0	36
Grillage	2.8	7.0	32
Lixiviation sous pression	2.5	11.4	36.7

### 3. Principe de bio-extraction

La lixiviation microbiologique utilise la capacité naturelle des micro-organismes à transformer les métaux présents dans les déchets sous une forme solide (dans la matrice solide) en une forme dissoute (solution). Afin d'en extraire des métaux et d'éliminer le sulfate, on utilise des bactéries sulfato-réductrices, parmi ces bactéries acidophilus et consortiums microbiens chimiolithotrophes : *Acidithiobacillus ferrooxidans*, *Acidithiobacillus thiooxidans*, *Leptospirillum ferrooxidans* et hétérotrophes, par exemple *Sulfolobus sp.* En outre, des champignons tels que *Penicillium sp* et *Aspergillus Niger* sont des exemples de certains micro-organismes eucaryotes utilisés dans la biolixiviation pour la récupération des métaux à partir de déchets déferents.

Le métabolisme des micro-organismes nécessitent l'oxydation des formes réduites du fer et de soufre comme source d'énergie cela a donné naissance à des procédés qui permettent d'extraire des différents métaux d'intérêts économiques significatifs tels que le cuivre(Cu), l'uranium(U), l'Or, le cadmium (Cd), nickel(Ni), plomb (Pb) à partir des minerais sulfurés qui représentent la majeure ressource de ces métaux.



**Tableau 6** : Tableau récapitulatif des principaux modes d'extraction des métaux.

<b>Mode d'extraction</b>			
<b>Adsorption à la surface métallique</b>	<b>Pénétration et accumulation dans la cellule</b>	<b>Production de composés précipitant</b>	<b>Volatilisation du métal</b>
<p>La surface des cellules est chargée négativement à du fait de la présence de groupes carboxyles-hydril et phosphate dans les polymères de la paroi cellulaire donc capte les cations métalliques (protonation). Cependant les Différents micro-organismes ont des charges et des distributions géométriques différentes qui peuvent retenir sélectivement certains cations métalliques.</p>	<p>L'accumulation dépend du métabolisme des micro-organismes. Elle est plus lente que la fixation à la surface. En revanche le potentiel de rétention est plus élevé.</p>	<p>Des bactéries transforment le sulfate en sulfure excrété par la cellule. L'apparition de sulfure en solution provoque la précipitation de la plupart des métaux lourds sous formes de sulfures métalliques.</p>	<p>Ce sont les plantes hyper-accumulatrices qui entourent la porte à la possibilité de concentrer les métaux jusqu'à une possible exploitation pour les récupérer tel que le plomb, l'arsenic, l'étain et le mercure qui ont la propriété d'être méthyles (volatils), c'est la technique de phytoremédiation dont lequel les plantes nettoient les sites contaminés en immobilisant les contaminants dans le sol. Cette technique est principalement appliquée aux métaux lourds</p>

### 3.1. Métaux extraits par biolixiviation :

**Tableau 7** : Métaux extraits par biolixiviation (Blázquez et al. 2008; Hugues 2013).

Métaux	Les principales espèces minérales qui les contiennent	Type de bactérie	Les réserves mondiales/production annuelle
Manganèse (Mn)	Pyrolusite ( $MnO_2$ ), Chalcophanite ( $ZnMn_3O_7 \cdot 3H_2O$ ) et l'hématite ( $Fe_2O_3$ ).	D'après une étude faite en Inde le Champignon <i>P. citrinum</i> possédait une efficacité maximale pour la solubilisation du manganèse.	-La mine de manganèse dans le nord du Burkina Faso est censée contenir plus de 100 millions de tonnes. - production 3 millions de tonnes par an.
Phosphate	L'hématite ( $Fe_2O_3$ ) et le quartz ( $SiO_2$ ).	Solubilisation du phosphate peut dépendre de la source de carbone utilisée par les micro-organismes.	La plupart des réserves mondiales de phosphate se trouvent au Maroc, le pays représentant environ 70% des réserves totales ou 50 milliards de tonnes tandis que l'Algérie est en 3eme position avec 3% de réserves mondiales.
Cuivre (Cu)	La chalcopyrite ( $CuFeS_2$ )	Bactéries extrêmes acidophiles <i>Acidithiobacillus ferrooxidans</i> et <i>Leptospirillum ferrooxidans</i>	La mine de Codelco qui se situe au désert d'Atacama en Chili ; l'une des cent plus grandes mines d'extraction de cuivre (représente 25% de la production mondiale).
Nickel (Ni)	Les réserves de minerais de nickel sont sous forme de sulfures, la pentlandite ( $FeNi_9S_8$ ), généralement associée à la pyrrhotite ( $Fe_{1-x}S$ )	Par les bactéries <i>Sulfo-ferrooxidans</i>	Talvivaara Finlande 1ère opération Bioheapleaching en Europe Ni (Zn/Cu/U) C'est un traitement qui titre 0.27% Ni, 0.56 Zn et 0.14% Cu.



Cobalt (Co)	Les minéraux principaux contenant le cobalt sont : Smaltite (CoNi)As <sub>3</sub> , Linnaeite Co <sub>3</sub> S <sub>4</sub> Cobaltite (CoAsS) et Glaucodot(CoFe)AsS.	Micro-organismes oxydant le fer et le soufre, comme <i>Marinobacter sp.</i> , <i>Acidithiobacillus spp.</i> ( <i>At. Ferrooxidans</i> , <i>At. Thiooxidans</i> , <i>At. Albertensis</i> , <i>At. Ferrivorans</i> ),	Une installation industrielle basée sur une biolixiviation en cuves agitées pour la récupération de cobalt en Ouganda (Kasese) de 1999 Jusqu'à l'épuisement de la ressource en 2014, produisant dans les conditions nominales, 1 000 tonnes de cobalt pur par an.
Or		Les micro-organismes plus utilisés sont des bactéries mésophiles	L'Afrique du Sud a vu naître le concept de biolixiviation en cuve agitée sur des minerais d'or réfractaire (Fairview), et celle-ci est maintenant en usage au Ghana (Ashanti), en Australie, en Ouzbékistan, au Kazakhstan et en Chine.
Plomb (Pb)	La galène (PbS)	<i>Acidithiobacillus ferrooxidans</i>	Il y a un stock de 79 millions de tonnes de plomb sur Terre. Les réserves de plomb connues sont surtout en Australie (30%), en Chine (14%) et aux USA (10%). Chaque année, on produit environ 4,75 millions de tonnes de plomb dans le monde.

#### **4. Les paramètres influençant la biolixiviation :**

L'efficacité de la biolixiviation dépend en grande partie de l'efficacité des micro-organismes et de la composition chimique et minéralogique du minerai à lixivier. La plupart des variables qui affectent les taux de lixiviation et les récupérations sont communes aux systèmes de lixiviation comme la lixiviation en tas, en décharge ou in situ. En revanche, les rendements maximums d'extraction des métaux ne sont atteints lorsque les conditions de biolixiviation obéissent aux conditions optimales

**Tableau 8** : Tableau récapitulatif des principaux paramètres influençant la biolixiviation (Douglas E. Rawlings 1997; Rohwerder et al. 2003).

<b>Les paramètres influençant sur la biolixiviation</b>		
<b>Les types de micro-organismes</b>	<b>Le potentiel d'hydrogène</b>	<b>La température</b>
<p>Les micro-organismes (bactéries) influent sur la biolixiviation par oxydation de la phase sulfuré en sulfate (passant de sulfures insolubles en sulfates solubles) ; ou bien par oxydation de fer ferreux en fer ferrique et ce dernier oxydent le minéral sulfuré.</p> <p>On distingue que les bactéries <i>acidithiobacillus ferrooxidans</i> sont les plus répandues pour la biolixiviation des minerais sulfurés et les plus utilisées dans les applications à l'échelle industrielle en vue qu'elles se développent dans des températures ambiante (30°C) et la faite qu'elles résistent à des potentiels d'hydrogène faible (pH=1.6-2.8).</p>	<p>Le pH est un paramètre extrêmement important pour le bon fonctionnement de la biolixiviation, cela nécessite un ajustement de valeur de pH correcte car c'est une condition nécessaire à la croissance des bactéries de lixiviation et elle est décisive pour la solubilisation des métaux. Tandis que la plage de pH optimale est variable d'un système à l'autre.</p> <p>Un mauvais contrôle du pH est souvent la cause d'une faible activité bactérienne dans les réacteurs.</p>	<p>La température est un paramètre très distinctif qui garantit la croissance et l'activité des micro-organismes dont la plage de températures dépend directement par type de micro-organisme utilisé dans l'expérience. dont Trois plages de températures sont envisagées pour les unités de biolixiviation: la plage typique des mésophiles, qui est de 35 à 40 ° C, les thermophiles modérés, 45-55 ° C, et les thermophiles extrêmes, 60-85. ° C. Ces plages n'ont pas de limites strictes, par exemple des micro-organismes thermophiles modérés comme <i>Sulfobacillus thermosulfidoxidans</i> dont la température de croissance optimale est de 45 à 50 ° C, peuvent apparaître à 35 ° C. De plus, toutes ces plages de températures peuvent se produire dans le même système de réaction lorsque des techniques de lixiviation en tas, en décharge ou in situ sont envisagées et l'inoculum d'une biolixiviation en tas doit contenir une microflore diversifiée adaptée à ces conditions (Brierley, 1997)</p>

### Les paramètres influençant sur la biolixiviation

Les nutriments	La granulométrie	La densité de la pulpe	L'oxygène dissout
<p><b>2.1- Substances élémentaires :</b> permettant l'élaboration des constituants cellulaires. Les composantes essentielles pour assurer une croissance optimale de la biomasse sont l'ammonium (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) (comme source de d'azote et de phosphate), le magnésium (Mg) et le potassium(K) qui sont généralement naturellement disponible dans le minerai ou dans le concentré.</p> <p><b>2.2- substrats énergétiques :</b> permettant à la cellule de disposer de l'énergie nécessaire à la synthèse (sources d'électrons).</p>	<p>L'effet de la taille des particules doit être testé pour chaque type de minerai. En général, la granulométrie fine assure un ph plus faible donc une forte adhésion des bactéries, ce qui conduit à une meilleure récupération des métaux. Comme la biolixiviation de Carrolite Cu(CO,Ni)<sub>2</sub>S<sub>4</sub> du Katanga en République Démocratique du Congo (RDC), L'échantillon a été broyé et tamisé selon les fractions granulométriques suivantes : - 53µm, - 75+53µm et -106+75µm à l'aide d'un broyeur.</p> <p>Les résultats ont montré que la granulométrie la plus fine a donné du ph plus faible et une meilleure conductivité cela favorise une meilleure activité bactérienne.</p>	<p>C'est un paramètre qui influe sur la dynamique de la dissolution des métaux. Un agrandissement de la surface minérale totale peut être obtenu également par une augmentation de la densité de la pâte, ce qui peut entraîner une diminution de l'extraction des métaux cela veut dire que l'activité bactérienne sera hybridée, empêchée par manque d'oxygène ou par un stress mécanique qui subissent les bactéries donc pas d'écoulement de fluide et une dissolution de certains composés qui ont un effet inhibiteur voire toxique sur la croissance des bactéries de biolixiviation.</p>	<p>La concentration en oxygène dissout est la résultante de l'utilisation par des micro-organismes pour la respiration. Un apport suffisant en oxygène est une condition préalable à une bonne croissance et à une activité élevée des bactéries de biolixiviation.</p>

## **5. Application des procédés de biolixiviation à l'échelle industrielle**

A présent, la biolixiviation est appliquée à l'échelle industrielle pour le traitement des minerais à faible teneur ; parmi ces progrès de biolixiviation nous citons : biolixiviation en tas, bioréacteurs, biolixiviation in-situ, biolixiviation en réservoir ; ces procédés sont classés en deux voies. L'une des voies, dite statique, consiste à faire percoler des solutions acides à travers le minerai, que ce soit in situ, disposé dans des vallons aux parois imperméables après une fragmentation réduite (procédé appliqué aux déchets miniers en particulier) ou en tas sur des aires étanches réutilisables ou non pour ce qui concerne les minerais à faible teneur.

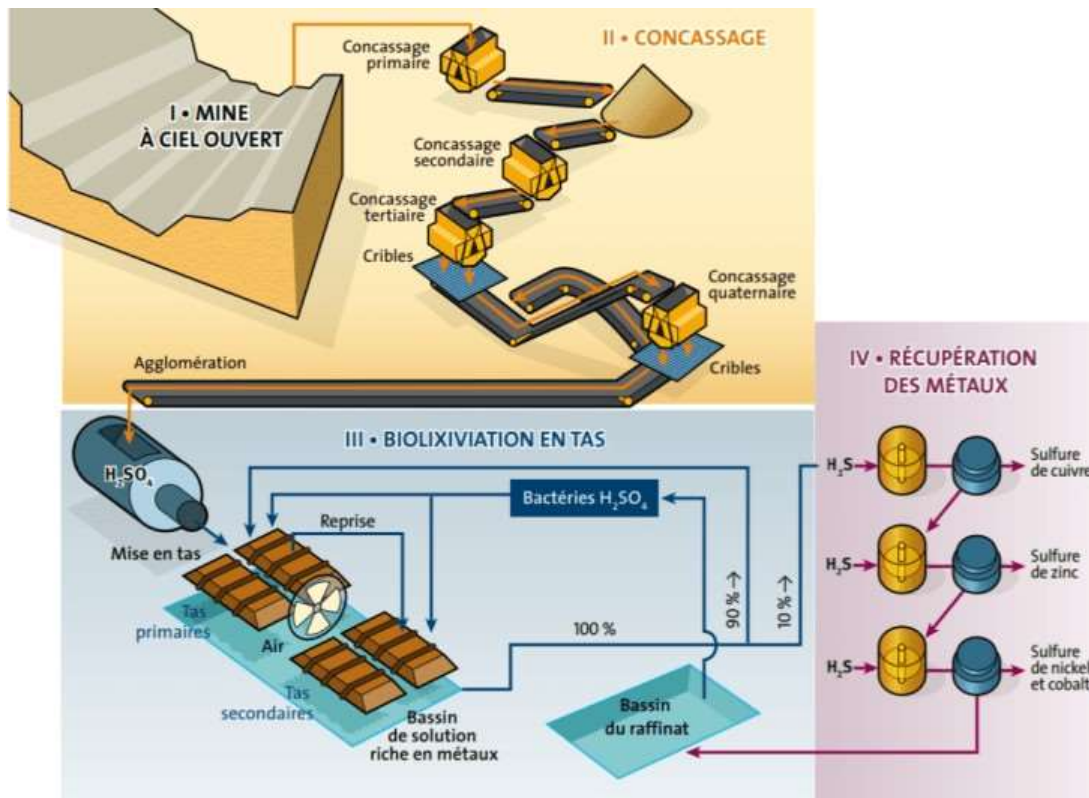
### **5.1. Essai statique**

Ils consistent à réaliser la biolixiviation en faisant percoler la solution aqueuse à travers la masse du substrat solide que l'on aura préalablement fracturé ou concassé utilisé pour le minerai à faible teneur en métal.

#### **5.1.1. Lixiviation en tas (Heap bioleaching)**

C'est le procédé le plus utilisé en biolixiviation à l'échelle industrielle et il est principalement utilisé pour les minerais à grains fins (jusqu'à 0.2g/tonne) qui ne peuvent pas être concentrés par flottation. Le Chili représente le premier pays qui a contribué cette méthode pour le traitement des minerais oxydés à faible teneurs au traitement des minerais sulfurés secondaires de cuivre ; et il est récemment utilisé en Australie au traitement des minerais sulfurés polymétalliques contenant de Nickel (Ni), Cuivre (Cu), Cobalt (Co), Zinc (Zn).

La 1<sup>ère</sup> opération de bioheapleaching en Europe s'est passée en Finlande Talvivaara pour le Ni,Zn,Cu,U, Un exemple d'installation de biolixiviation en tas est celui de Talvivaara en Finlande. Démarrée fin 2008, elle extrait du nickel, du cobalt, du cuivre et du zinc d'un minerai pauvre qui en contient les teneurs respectives suivantes : 0,27, 0,02, 0,014 et 0,54 %. Le schéma (figure 16) montre les quatre étapes du traitement.



**Figure 15:** Photo et schéma simplifié du traitement du minerai de nickel de Talvivaara (Finlande) exploité par la société TVK (Morin and Kelly 2001)

Après extraction d'une mine à ciel ouvert, concassage et agglomération, une opération qui vise à améliorer les caractéristiques de percolation, le minerai est mis en tas et le traitement par arrosage a lieu en deux temps. La reprise du premier tas a pour objectif de permettre l'attaque plus poussée des zones du minerai qui n'auraient pas été suffisamment mises en contact avec les solutions de percolation, comme les pentes par exemple. La solution mère de biolixiviation est ensuite traitée à l'aide de sulfure d'hydrogène pour produire successivement des précipités de chacun des métaux à récupérer (cuivre, zinc, puis nickel et cobalt). La réaction d'oxydation de la pyrrhotite contenue dans ce minerai étant très exothermique, la température à l'intérieur du tas peut s'élever considérablement jusqu'à près de 80 °C, et même dans les conditions climatiques rigoureuses de l'hiver finlandais, l'efficacité du traitement se maintient. Le nickel et le zinc sont les métaux les plus facilement extraits à 85 et 80 % respectivement en cinq années de traitement, et le cuivre et le cobalt les plus réfractaires avec un taux d'extraction de 50 % pour la même période. L'installation de Talvivaara devrait avoir les plus faibles coûts opératoires de production de nickel à partir de ressources primaires pour une production annuelle de 30 000 tonnes de métal.

### **5.1.2. Biolixiviation en cuve**

La plupart des opérations traditionnelles de lixiviation en cuve ont impliqué la lixiviation de pour extraire du minerai à faible teneur qui était auparavant considéré comme un déchet .Ce procédé consiste à entasser le minerai en remblai que l'on aura préalablement fracturé ou concassé et arroser en continu ou inondé temporairement en fonction du minerai, le lixiviant peut être de l'eau acidifiée ou une solution acide de sulfate ferrique provenant d'autres opérations de lixiviation sur la même propriété minière.

Pendant longtemps il était utilisé pour le traitement de minerais sulfurés contenant de l'Or encapsulé dans une matrice réfractaire et récemment on l'utilise pour le traitement de rejet pyriteux contenant du Cobalt.

Au cours des vingt-cinq dernières années ; ce procédé a été préféré pour le cas du traitement des concentrés sulfurés polymétalliques ou des concentrés contenant des éléments comme l'arsenic (As) mais pas pour les métaux de base à cause de son cout très élevés liés à l'agitation de la pulpe dans les cuves.

### **5.1.3. Biolixiviation en réservoir**

Des solutions contenant les bactéries appropriées sont injectées dans des réservoirs en série tandis que Les réservoirs sont revêtus de caoutchouc ou construits en acier inoxydable de haute qualité en raison de la corrosivité de l'acide ferrique avec une chaleur considérable est générée par l'oxydation des sulfures minéraux. C'est pourquoi les réservoirs sont équipés de serpents de refroidissement ou de chemises d'eau pour maintenir le contenu du réservoir à une température optimale pour les bactéries (35°-45°C pour les espèces *Thiobacillus* *Leptospirillum* et 45°-55°C pour les bactéries modérément thermophiles).

Dans ce procédé, une partie de la solution de lixiviation est refoulée en amont dans un réservoir et l'énergie potentielle du liquide dans ce même réservoir sert à maintenir une pression hydrostatique servant à fluidiser le minerai en voie de lixiviation (Kaksonen et al, 2018) puis récupérer la solution lixiviante à l'aide d'un drain au fond de réservoir .

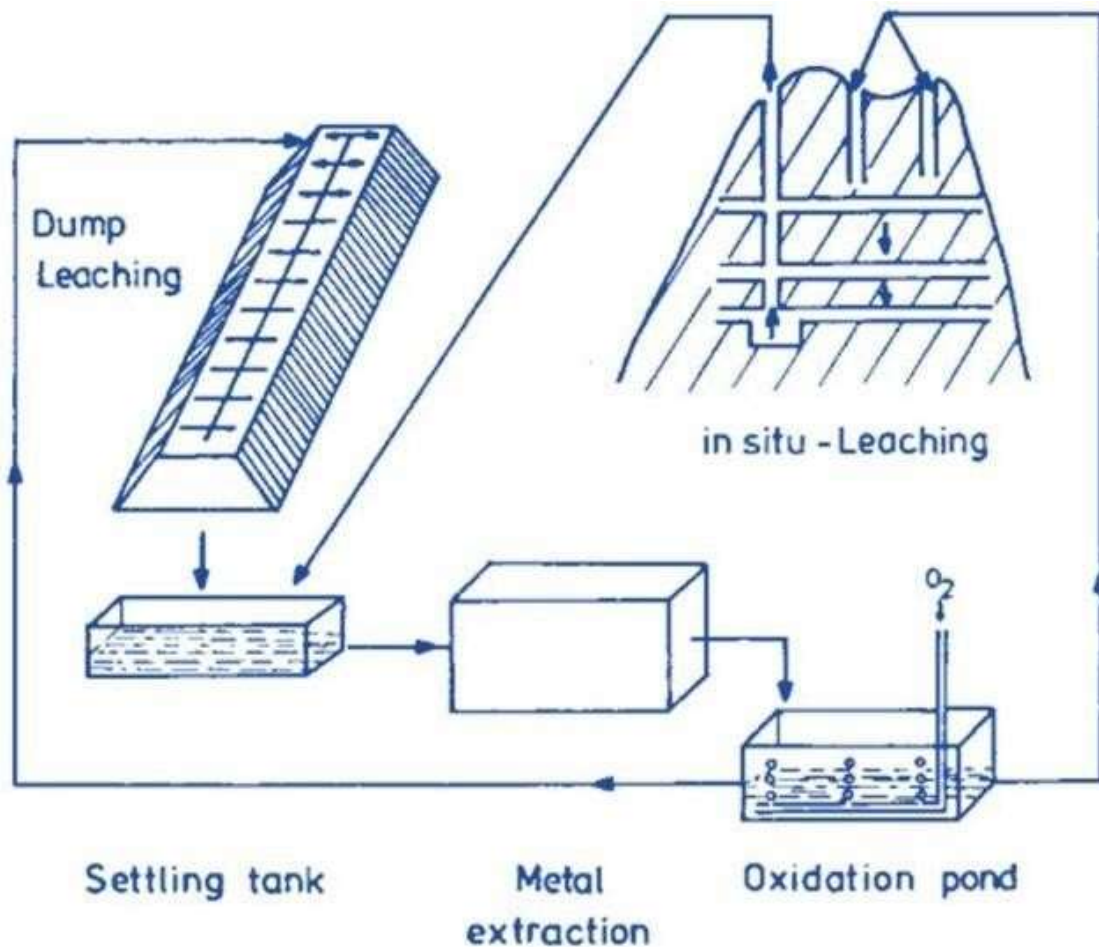
#### **5.1.4. Biolixiviation in-situ**

La biolixiviation in situ est utilisée commercialement depuis près de 30 ans comme technologie d'extraction de l'uranium et du cuivre dans les mines souterraines épuisées. Lorsque l'exploitation minière conventionnelle est terminée, les chantiers souterrains sont dynamités afin de fragmenter le minerai et de surcharger le matériau pour établir la perméabilité. Les puits sont laissés intacts pour permettre l'aération du minerai fragmenté et la récupération des solutions métallifères dans les bassins. Les solutions de lixiviation acidifiées, appliquées à la partie supérieure de toute la zone de minerai rubéfiée, percolent à travers le minerai fragmenté.

Les bactéries de lixiviation s'installent et facilitent l'extraction des métaux. Les solutions riches en métaux, récupérées dans les puisards, sont pompées à la surface pour la récupération des métaux.

Ultimement, La récupération finale des métaux dans les opérations in situ dépend du degré de fragmentation du minerai et de l'irrigation uniforme de la zone de minerai fragmentée. Les faibles récupérations de métaux sont souvent dues au fait que les solutions de lixiviation suivent des chemins d'écoulement préférentiels et n'entrent pas contact avec le minerai de manière uniforme (Douglas E Rawlings 1997).

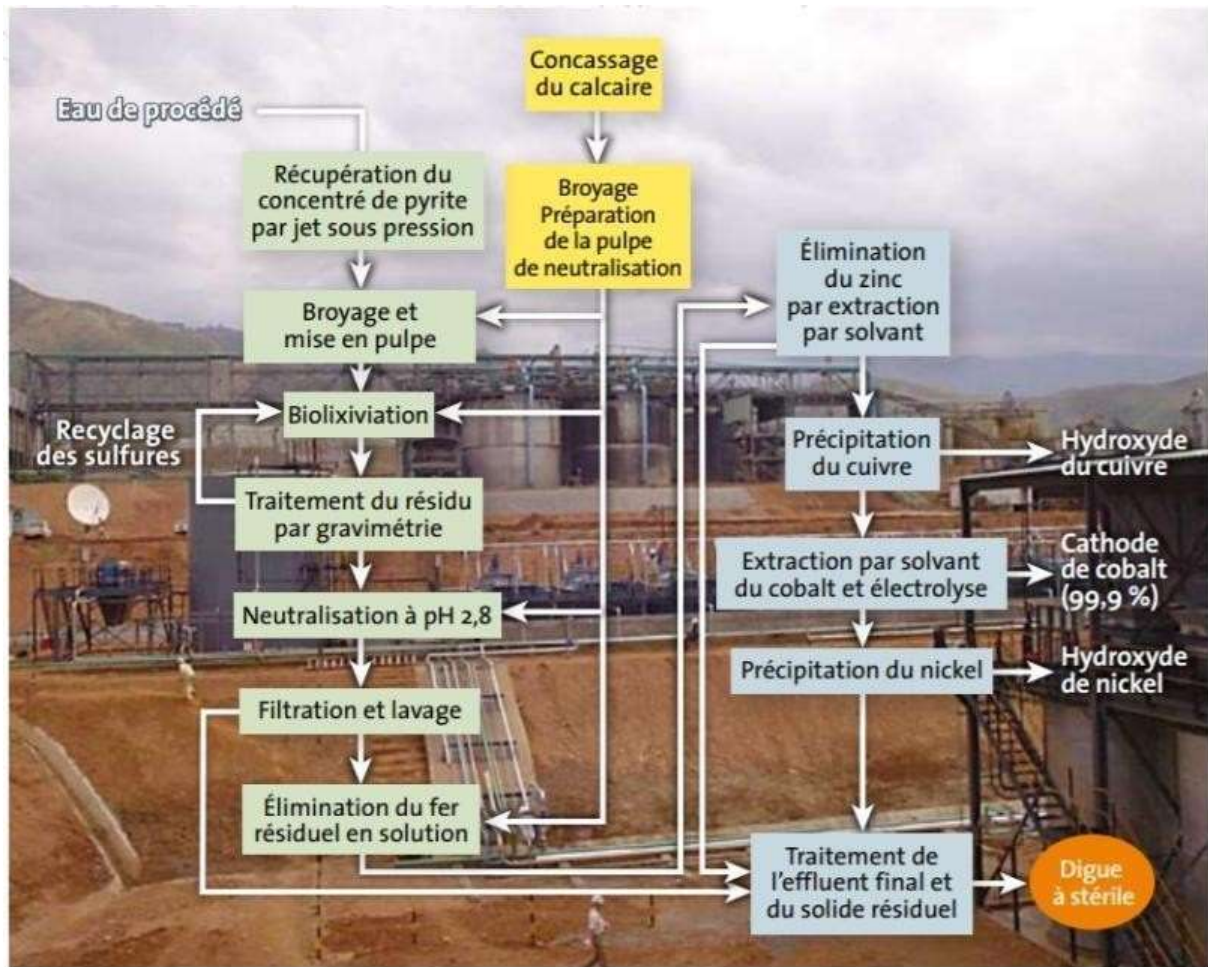




**Figure 16:** Schéma de la biolixiviation in-situ

## 5.2. Essai dynamique

L'autre voie d'application de la biolixiviation, dite dynamique, consiste à confiner la réaction dans des réacteurs agités et aérés. Utilisé pour les minerais à haute teneur en métal. Il est coûteux mais rapide et efficace. Celui-ci 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. Une unité de ce type implantée en Ouganda et mise au point par le BRGM traite un concentré de pyrite cobaltifère qui est un sous-produit d'une installation minière qui a produit un concentré de cuivre pendant une vingtaine d'années avant son arrêt d'exploitation en 1986.



**Figure 17:** Schéma général simplifié de l'installation de production de cobalt de la Kasese Cobalt Company Ltd. (Ouganda).

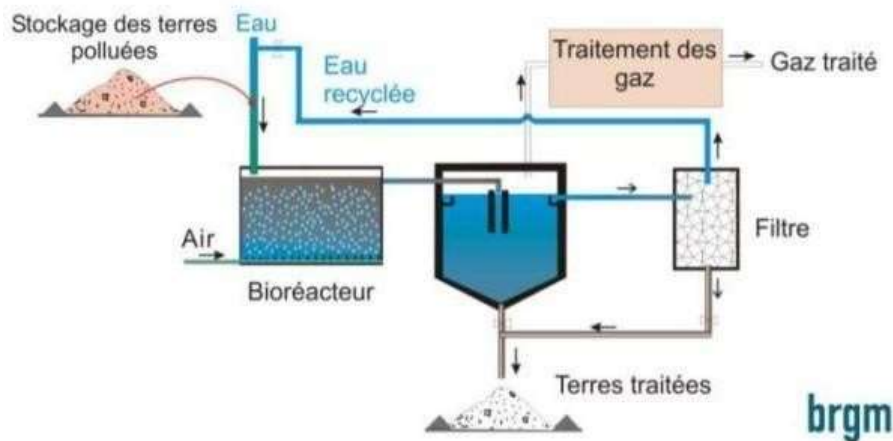
Le cobalt, contenu à une teneur de 1,37 % dans le concentré sulfuré constitué de 80 % de pyrite, est dissous au cours de la biolixiviation de la pyrite sous forme de  $\text{Co}^{++}$  avec le même rendement que celui de la dégradation du sulfure. Le nickel et le cuivre, aussi présents dans le concentré à des teneurs respectives de 0,12 et 0,14 %, sont mis en solution à un faible degré. La solution aqueuse issue du biotraitement est débarrassée du fer dissous par neutralisation à l'aide de calcaire en deux étapes. La première jusqu'à un pH d'environ 2,8 permet d'éliminer plus de 95 % du fer et de recycler le filtrat en biolixiviation pour y concentrer le cobalt qui n'est pas affecté par la neutralisation. La seconde neutralisation à un pH supérieur à 3,5 éradique totalement le fer avant extraction du zinc par solvant organique (D2EHPA, diéthyl phénylamine) puis celle du cuivre par neutralisation à pH 7. Le cobalt est récupéré par extraction par solvant (acide phosphinique) et, après élution, le métal pur à plus de 99,9 % est obtenu par électrolyse. Pour finir, le nickel est extrait par neutralisation à pH élevé. La production annuelle de cobalt est de l'ordre de 800 tonnes par an. Il s'agit de la seule

installation industrielle en cuve agitée produisant un métal autre que de l'or. Elle fonctionne depuis une dizaine d'années.

### ➤ Bioréacteurs

Les bioréacteurs sont aujourd'hui utilisés commercialement pour prétraiter les minerais d'or sulfurés à faible teneur et réfractaires et pour lixivier le cuivre des minerais de chalcocite.

Le minerai est concassé, acidifié avec de l'acide sulfurique pour conditionner le minerai pour les bactéries, aggloméré dans certains cas pour lier les matières premières aux particules de minerai les plus grossières, et empilé sur des plateaux revêtus sur lesquels on peut placer des tuyaux d'aération



**Figure 18:** Schéma du principe du lavage ex-situ (Garrido et al. 2002).

Ce procédé est conservé pour les sols de granulométrie très fines. Les sols sont concassés, criblés, avant le traitement et un lavage peut être réalisé si nécessaire. Par la suite, les sols sont mélangés avec de l'eau en quantité qui permet un meilleur contact solide/micro-organismes et facilite la fonction enzymatique. Le rapport liquide/solide dépend de la concentration en polluants, du taux de biodégradation, et de la nature des solides et parfois l'ajout de divers additifs favorise la biodégradation (tensioactifs, nutriments, acides ou bases pour contrôler le pH..).ensuite ,les boues sont mélangées dans le bioréacteurs tout en ajoutant de l'O<sub>2</sub> par brassage ou bullage car la majorité des bioréacteurs sont aérobies. On distingue trois types de bioréacteurs: bioréacteurs agités, bioréacteurs Pachuca, bioréacteurs colonnes à bulles. (Bosecker 1997; Douglas E Rawlings 1997).

## 6. Présentation de la mine d'Ichemoul

En raison de sa longue histoire minière, l'Algérie possède d'anciennes mines contenant des réserves récupérables et des déchets.

### 6.1. Localisation géographique

Le site d'Ichemoul est situé dans une province du nord-est nommée Batna (Fig. 1 ). Il s'agit d'une ancienne mine abandonnée qui a été exploitée selon la technique des chambres et des piliers, de 1932 à 1954.

#### ➤ Situation géographique d'Ichemoul :

Le gisement de baryte d'ICHMOUL est situé dans la partie orientale des monts des Aurès, à 02 kms du chef-lieu de la Daïra d'ICHMOUL, à 60 km au Sud Est du chef-lieu de la wilaya de Batna. Le relief de la région du gisement est montagneux et fortement accidenté, les cotes absolues dépassent les 2000m d'altitude (ENOF Ichemoul 2019).

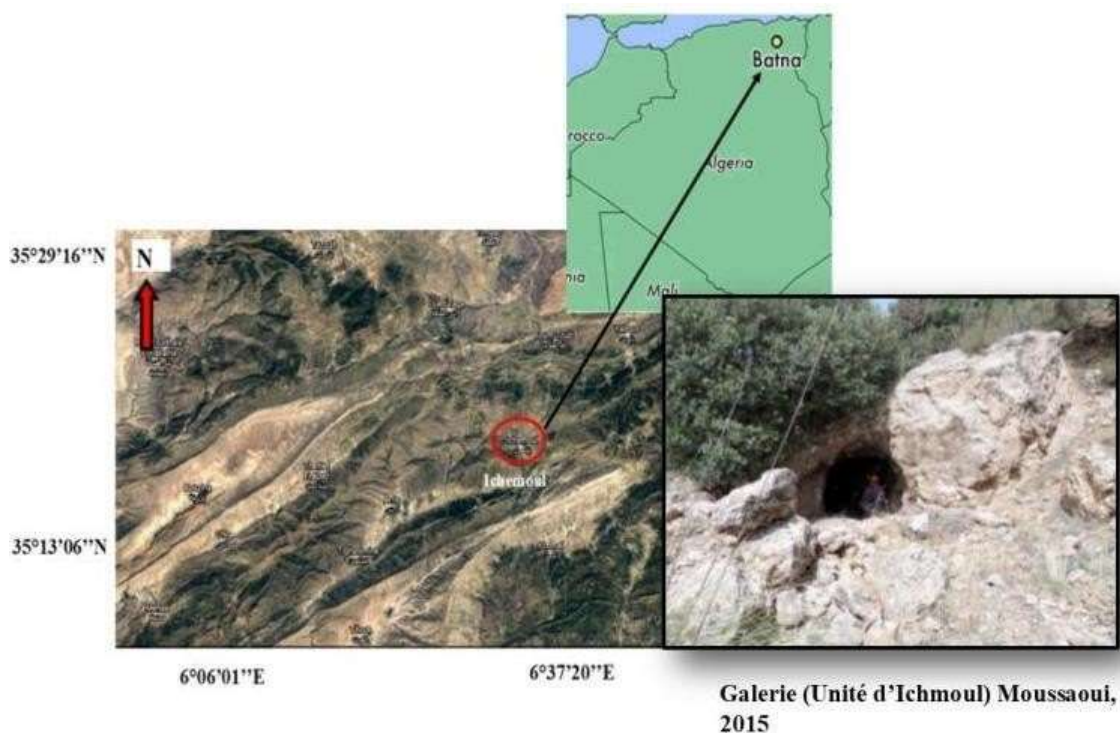


Figure 19 : Localisation géographique de la mine d'Ichemoul

## 6.2. Aperçu géologique

### La géologie régionale

Le massif d'Ichemoul fait partie des monts des Aurès, plus précisément, dans leur partie orientale, et est formé par des terrains d'âge Crétacé inférieur. Notamment, un Barrémien essentiellement gréseux, Aptien calcaro-dolimitique, et un Albien calcaro-argileux. Le gisement se trouve sur le flanc sud-Est d'un pli anticlinal de direction NE-SW caractérisé par une intense fracturation, matérialisée par des fissures de quelque centimètre de longueur et large de quelque millimètre, des fentes et des brèches tectoniques. Plusieurs fissures de dimensions et d'orientations différentes sont développées dans les séries du barrémien formant le pli de l'anticlinal (ENOF Ichemoul, 2019).

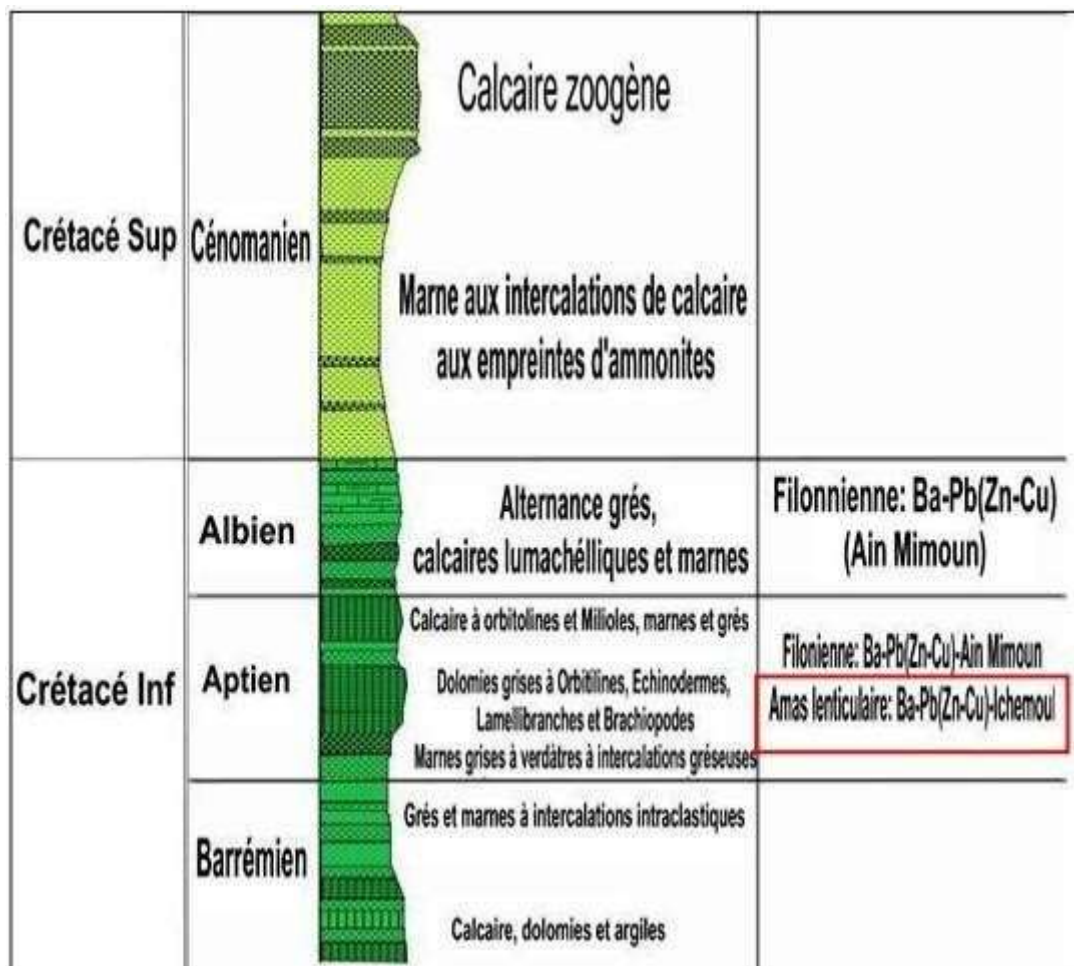


Figure 20 : Colonne lithostratigraphique de djebel Ichemoul.

### **6.3. Minéralisation**

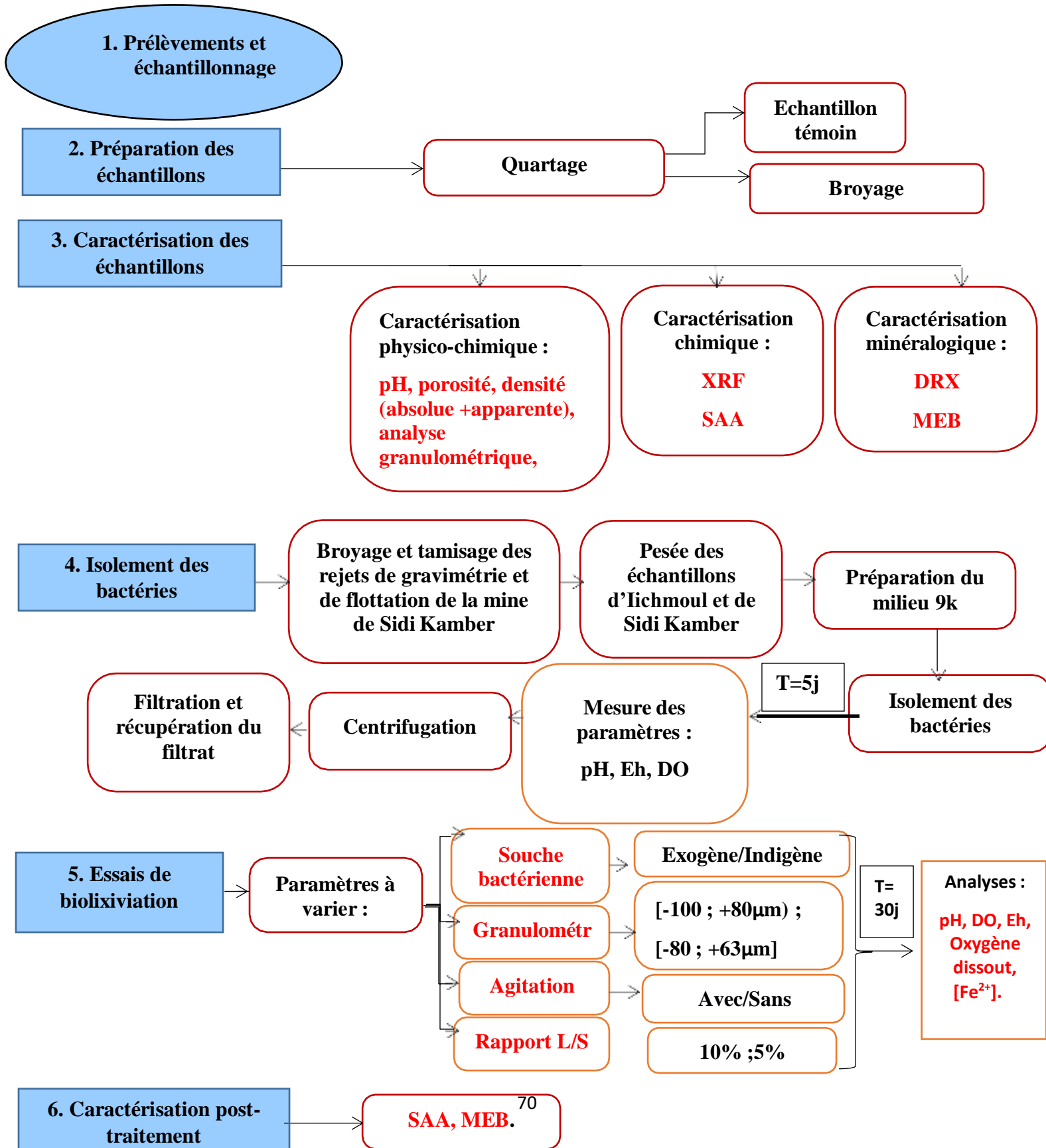
Le gisement du djebel Ichmoul est composé de cinq amas minéralisés, quatre d'entre eux sont situés dans la partie SE du gisement et un dans la partie Ouest. Le corps minéralisé dans ces amas est irrégulier et forme des gites étroits allongés suivant le sens du pendage des roches. (Lariane H., Khoualed A.2018)

Dans le massif d'Ichemoul, la minéralisation barytique apparait aussi bien en surface que souterraine, a nécessité l'exploitation du minerai à ciel ouvert et souterraine. La méthode d'exploitation utilisée en surface est celle par gradins, alors qu'en profondeur deux méthodes sont suivies, notamment, la méthode par chambres et piliers où la minéralisation est stratiforme et est de faible profondeur. La deuxième méthode utilisée est celle par tranché montantes remblayées. Le minerai exploité est transporté par la suite vers l'usine de traitement d'Ain Mimoun dans la wilaya de Khenchela.

# **MATERIEL ET METHODES**

Le présent chapitre concerne les différentes méthodes utilisées ainsi que le matériel employé pour la réalisation des expérimentations. Il inclue la caractérisation physico-chimique, chimique et minéralogique ainsi que des essais bio-cinétiques faisant l'objet de cette étude.

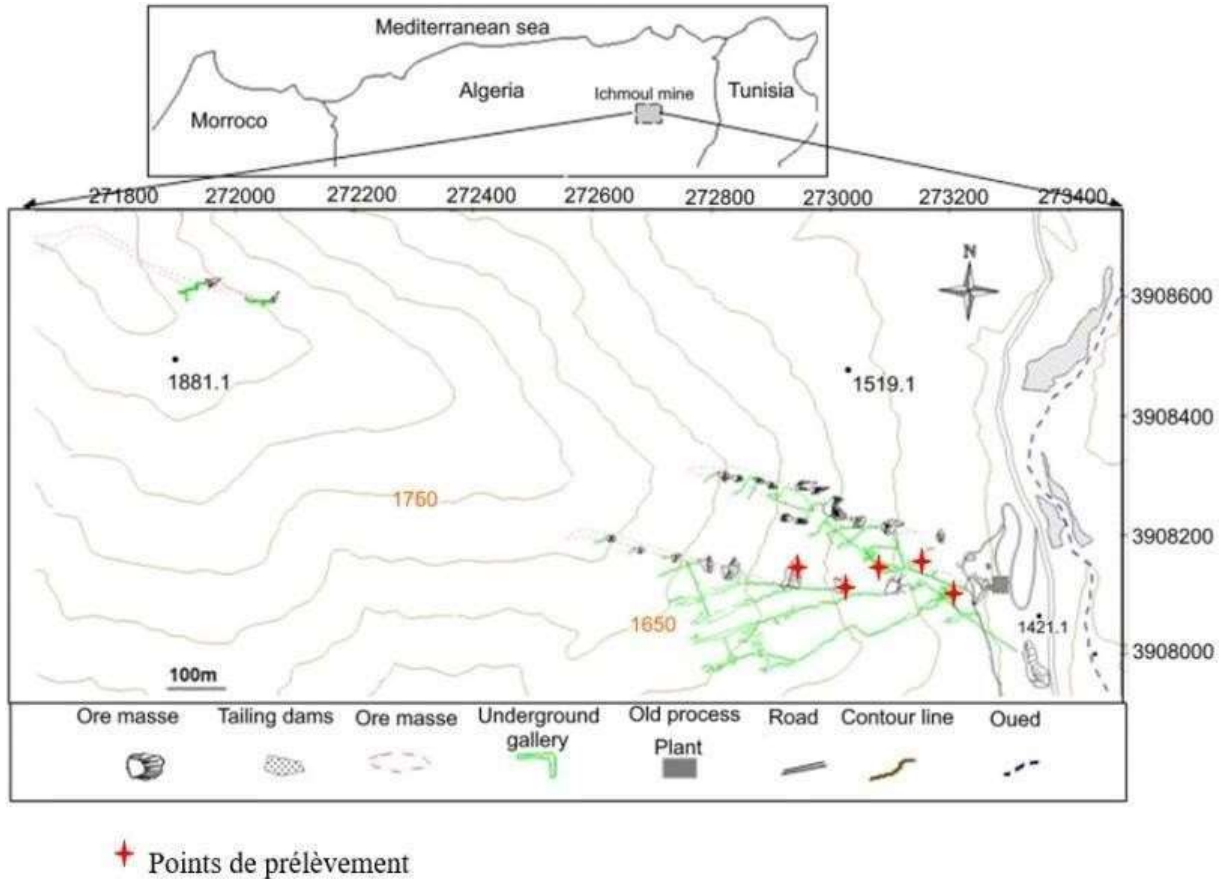
## 7. Schéma de la méthodologie de travail





## 8. Prélèvement et échantillonnage :

Les croix en rouge représentent les différents points de prélèvement de l'échantillon sur lequel nous travaillons.



**Figure 21:** Localisation de l'échantillonnage effectué au niveau de la mine d'Ichmoul

## 9. Préparation des échantillons :

### 9.1. Quartage :

Nous utiliserons la méthode de quartage, qui consiste à étaler l'échantillon sous forme rectangulaire puis à le diviser en quatre quarts égaux. Les 2 quarts opposés feront l'objet des expérimentations tandis que les deux autres seront pris comme témoins.



**Figure 22:** Quartage des échantillons de la mine d'Ichmoul

## 9.2. Broyage

Dans une pulvérisette, nous avons effectué séparément le broyage d'un kilogramme de minerai d'Ichmoul et des rejets de flottation et de gravimétrie de la mine de Sidi Kamber à l'aide d'une masse de boulet équivalente à 3 fois la masse de minerai broyée durant 15 minutes.

Avant de procéder au broyage du minerai et afin de nettoyer le broyeur et d'éviter la contamination de l'échantillon un broyage de sable est fait durant 15minutes.



**Figure 23 :** Broyeur pulvérisette **FRITSH**

## **10. Caractérisation des échantillons**

### **10.1. Caractérisation physico-chimique**

#### **➤ Mesure du pH : (ISO 10390 :2005)**

Le pH est un coefficient qui nous permet de déterminer l'acidité ou la basicité d'un matériel. Afin de le déterminer, nous préparons une solution composée du matériau étudié et d'eau distillée avec un rapport solide/liquide égal à 1/5, nous agitons pendant 30 secondes et nous laissons reposer 20 minutes. Nous répétons l'opération (agitation pendant 30 secondes puis repos 20 minutes) 3 fois, après les dernières 20 minutes de repos nous mesurons le pH à l'aide d'un pH-mètre. La masse de l'échantillon pris était de 20g ainsi que 100mL d'eau distillée.



**Figure 24 :** Agitateur magnétique et pH-mètre stylo **OHAUSS**

➤ **Détermination de la porosité [norme : NF P 94-410-3 :2001]**

On appelle porosité totale la quantité d'eau maximale que peut contenir un sol. Cette grandeur physique est comprise entre 0 et 1 ou en pourcentage entre 0 et 100%.

Pour réaliser l'essai, une première éprouvette graduée de 100mL est remplie avec 50 mL de l'échantillon de sol déshydraté  $V_0$  tandis qu'une autre l'est avec 70mL d'eau  $V_1$ . Le contenu de la première (sol) est transvasé délicatement dans la deuxième éprouvette et agité énergiquement de sorte à obtenir un mélange homogène. Le volume total  $V_2$  de la solution obtenue est ensuite mesuré. La différence du volume final  $V_2$  et du volume initial d'eau  $V_1$  représente le volume d'eau présent dans les pores ( $V_p$ ).

La porosité sera calculée comme suit :

$$Pt(\%) = \frac{V_p}{V_{\text{echantillon}}} * 100 \quad (1)$$

➤ **La densité apparente : [norme :NF P 18-554 :1990]**

La densité apparente est le rapport entre la masse sèche du matériau et le volume apparent de celui-ci contenant les pores intra-granulaires. Le protocole consiste à peser un bécher à vide et noter sa masse ( $M_1$ ) et son volume ( $V$ ), puis à verser environ 200g d'échantillon dans le bécher à une distance de 10 cm à l'aide de mains, jusqu'à débordement sous forme de cône, qui sera ensuite arasé à l'aide d'une règle (sans tassement). Par la suite le poids de l'ensemble « bécher -matériau » est mesuré ( $M_2$ ). Nous aurons :

$$\rho_{Apparente} = \frac{M_2 - M_1}{V} \quad (2)$$

Ici le volume du bécher est de  $4.7dm^3$ .



**Figure 25** : Essai de détermination de la densité apparente

➤ **Densité absolue :**

Il s'agit du rapport entre la masse volumique absolue (rapport de la masse du matériau sur le volume réel auquel on a soustrait le volume des pores (ouverts et fermés) et la masse volumique de référence.

Tout d'abord, nous effectuons la pesée du pycnomètre avec son bouchon que l'on note  $M_1$ . Puis nous remplissons ce dernier avec l'eau notant sa masse  $M_2$ . À l'aide d'un entonnoir nous versons une quantité d'échantillon de sol dans le pycnomètre. Nous pesons ensuite à nouveau le pycnomètre et

nous notons  $M_3$  sa masse. Le pycnomètre est rempli au 2/3 d'eau et nous agitons énergiquement afin d'empêcher l'emprisonnement de bulles d'air. Nous laissons décanter le mélange quelques instants dans le but de laisser le liquider surnager et d'avoir un léger trouble, puis nous remplissons avec précision le pycnomètre encore une fois à ras bord. De nouveau, on agite et on laisse décanter. Afin d'éliminer l'excédent d'eau nous fermons à l'aide du bouchon, nous effectuons ensuite une nouvelle pesée, nous notons  $M_4$  sa masse en grammes.



**Figure 26 :** Essai de la densité absolue

$$\frac{M_3 - M_2}{M_4 + M_2 - M_3 - M_1} \quad (3)$$

➤ **Teneur en eau : [norme : NF EN 1097-5 :2008]**

La teneur en eau se détermine par une première pesée d'une quantité d'échantillon notée ( $M_1$ ), qui sera par la suite introduite dans une étuve pendant 24h à une température de 105 °C. Après cela, la quantité est pesée encore une fois, ( $M_2$ ) sera ainsi la masse et la teneur en eau notée ( $W$ ) se calcule comme suit :

$$W\% = \left[ \frac{M_1 - M_2}{M_2} \right] * 100 \quad (4)$$



**Figure 27** : Essai de détermination de la teneur en eau

➤ **Détermination de la PAF (Perte au feu) [norme :NF EN 15169 :2007]**

Le protocole consiste à prélever une quantité d'échantillon concassé qui sera séchée pendant 16h dans un four à 105 °C. On pèse un creuset vide et on note sa masse par (M0), ensuite on prélève 10 grammes d'échantillon séché considéré comme (M1). Ce même échantillon subit une calcination à 375°C pendant 16h et sera enfin pesé(M2).

Le pourcentage de la perte au feu sera calculé par la formule suivante :

$$\%PAF = [(M1 - M0) - (M2 - M0) / (M1 - M0)] \times 100. \quad (5)$$

➤ **Analyse granulométrique [norme :NF EN 933-1 :2012]**

L'essai consiste à classer les différents grains constituant les échantillons en utilisant une série de tamis, emboîtés les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas. Une quantité d'échantillon (1kg) est placée dans la partie supérieure des tamis et le classement des grains s'obtient par vibration de la colonne de tamis. On compte pour chaque tamis 5 minutes de vibration.

L'analyse granulométrique est efficace avec un rapport des largeurs d'ouverture des tamis adjacents égale à la racine carrée de 2 ( $\sqrt{2}=1,44$ ). Aussi, le pourcentage de refus au niveau du

premier tamis ne doit pas dépasser 5%. Les refus des tamis sont consécutivement pesés pour déterminer le pourcentage de refus cumulés et par la suite le pourcentage des passants cumulés. Le tamisât présent au fond de la colonne est également pesé. Le poids de l'échantillon introduit initialement doit être récupéré en fin de l'analyse avec une perte qui ne doit pas excéder les 2%.

Selon les pourcentages des passants cumulés, on trace la courbe granulométrique, qui illustre le pourcentage massique des différents tamisâts en fonction de la dimension nominale d'ouverture des tamis. Il suffit de porter les divers pourcentages des tamisâts cumulés sur une feuille semi-logarithmique :

- En abscisse : les dimensions des mailles, échelle logarithmique
- En ordonnée : les pourcentages sur une échelle arithmétique. La courbe granulométrique nous permet de calculer différents coefficients, parmi ces derniers :
- **Coefficient d'uniformité** : Représente le rapport des dimensions des mailles de tamis pour lesquels il y'a respectivement 10% et 60% de passant :

$$\mathbf{Cu = d60 / d10 \quad (6)}$$

- **Coefficient de courbure** : C'est le rapport des dimensions des mailles de tamis défini par :

$$\mathbf{Cc = d30^2 / d10 \times d60 \quad (7)}$$





**Figure 28** : Essai d'analyse granulométrique

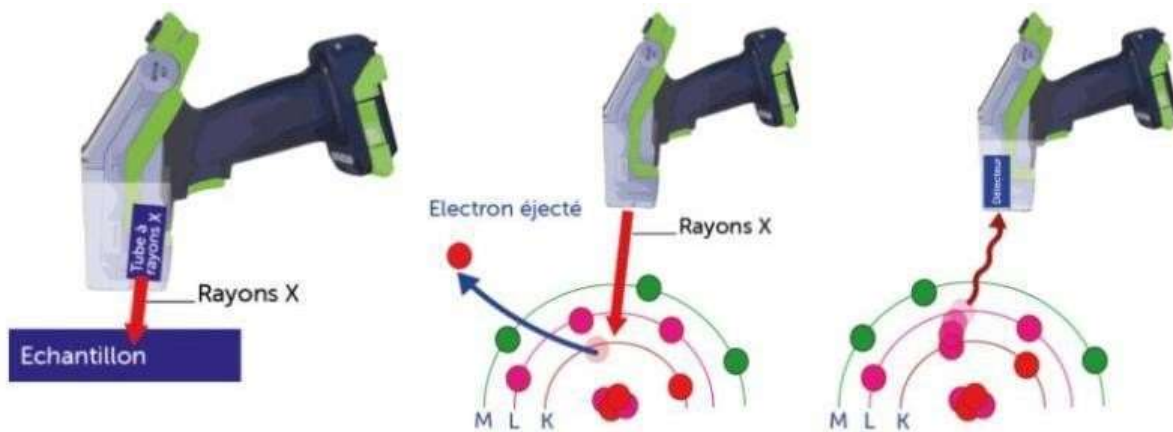
## 10.2. Caractérisation chimique

### ➤ Spectrométrie de fluorescence (FRX)

Technique d'analyse analytique non destructive chimique connue sous l'abréviation SFX ou bien XRF en anglais « X ray Fluorescence » permettant d'obtenir des analyses quantitatives élémentaires. L'échantillon concerné est bombardé par des photons émis d'un tube à rayon X. Les électrons plus proches du noyau ( $e^-$  de couches internes), absorbent le rayonnement primaire et s'éjectent ensuite à

leurs tours. Par conséquent, l'électron « manquant » ionise les molécules, qui deviennent à leurs tours, instables et essaient de se réorganiser pour tendre vers un état d'équilibre.

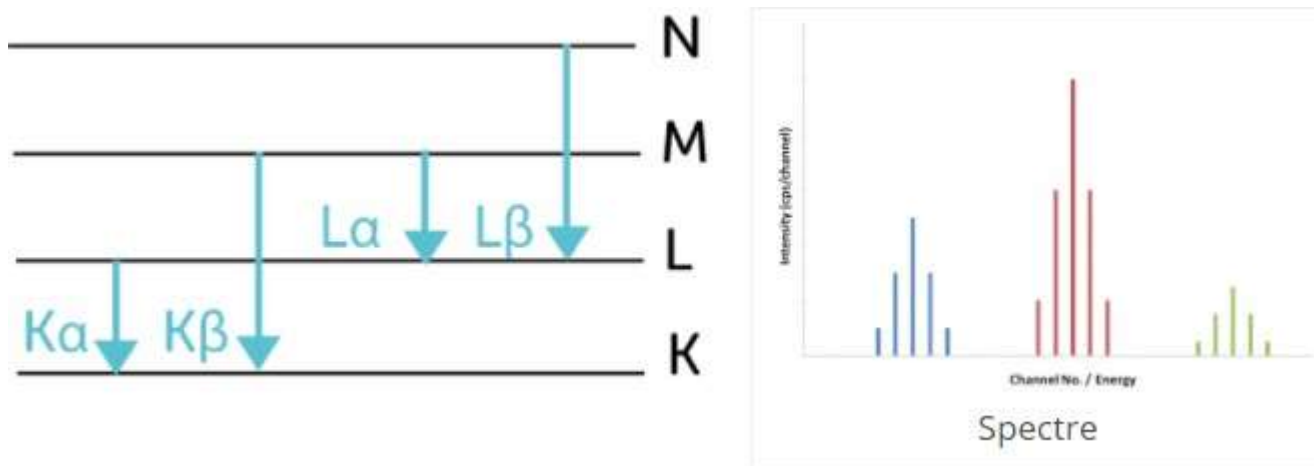
Les électrons des couches plus externes supérieures comblent les couches internes insaturés, il s'agit de la phase d'émission (faisceau de rayon X secondaire émis). Cette relaxation électronique libère une énergie sous la forme d'un photon caractéristique pour chaque atome et pour chaque transition de chaque atome. Ces photons peuvent être détectés par un compteur (SSD « Silicon Drift Detector » ou diode Si-pin) qui va permettre d'identifier l'atome en fonction de son énergie et du flux de photons reçus, l'analyseur peut aussi déduire en temps réel la concentration correspondante. Les résultats sont interprétés sous forme d'un spectre et les éléments chimiques composants l'échantillon analysé seront identifiés suivant l'énergie atomique.



**Figure 29 :** Spectromètre de fluorescence (FRX)



**Figure 30 :** Présentation du spectromètre à fluorescence Le NITON XRF



**Figure 31 :** Les spectres d'énergies

## ➤ Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

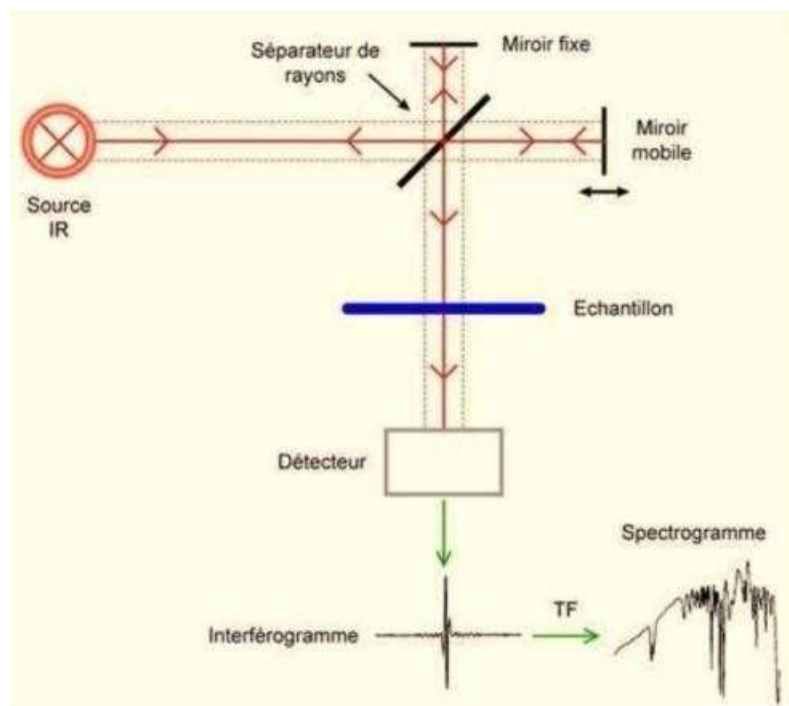
La spectroscopie infrarouge (IR) est une technique qui permet d'analyser des solides, des liquides ou des gaz ; basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé.

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 réfléchiée ou transmise diminuera.

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

On distingue 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 32 :** Principe de fonctionnement de FT-IR

L'appareil utilisé pour réaliser l'analyse par spectroscopie infrarouge est un Agilent technologie carry 630 FTIR avant et après traitement de minerai d'Ichmoul par biolixiviation afin de déterminer les liaisons chimiques, les groupements fonctionnels ainsi que la présence ou l'absence de matière organique dans notre minerai.



**Figure 33** : Image correspond au FT-IR de Universal Lab de type Agilent **technologie CARRY 630 FTIR**

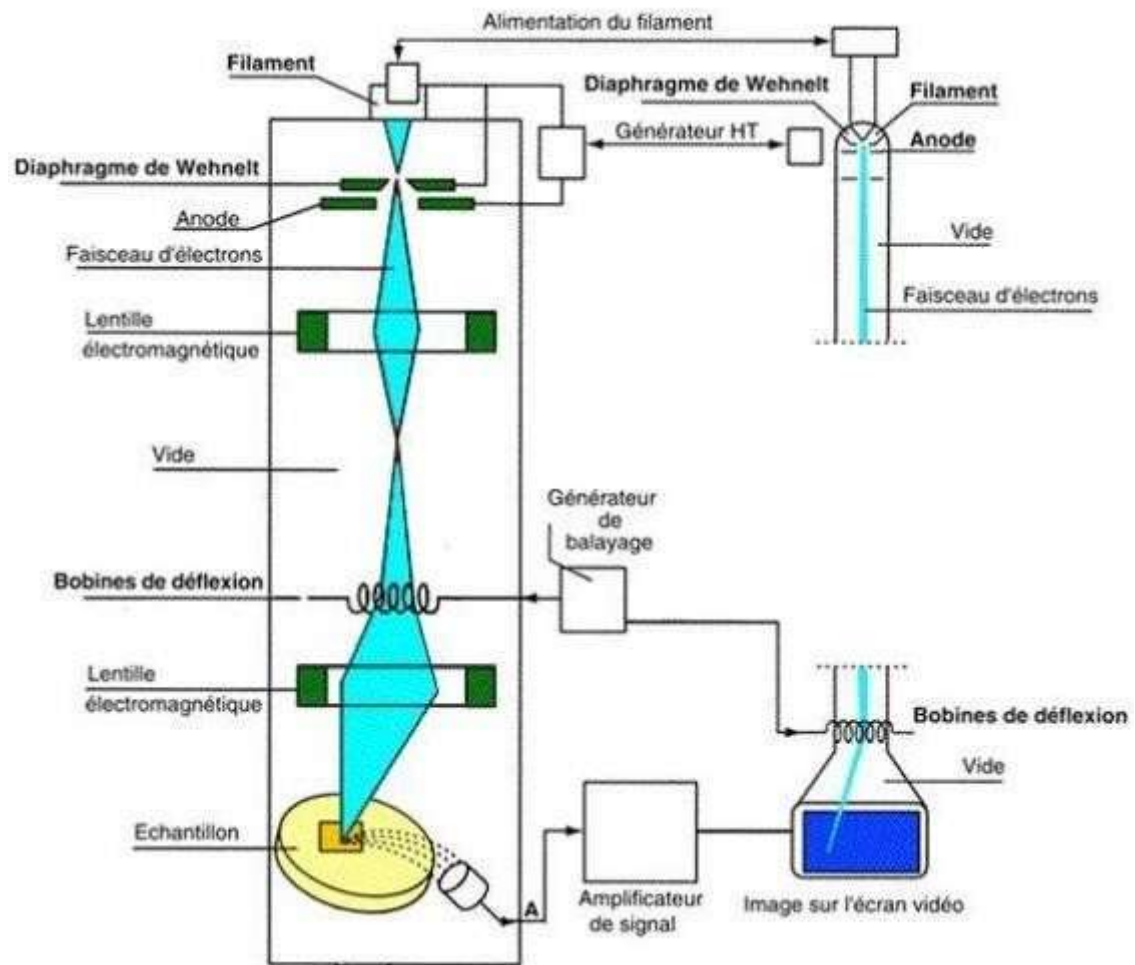
### **10.3. Caractérisation minéralogique**

#### **➤ Microscopie électronique à balayage (MEB)**

Cette technique, fondée principalement sur la détection des signaux émergents sous l'impact d'un faisceau d'électrons, permet d'obtenir des images avec, d'une part, un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm, et d'autre part, une grande profondeur de champ.

La microscopie électronique à balayage est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons-matière. S'appuyant sur les travaux de Max Knoll et Manfred Von Ardenne dans les années 1930, la MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

Une sonde électronique fine (faisceau d'électrons) est projetée sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre la sonde électronique et l'échantillon génère des électrons secondaires, de basse énergie qui sont accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal. À chaque point d'impact correspond un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact qui détermine le rendement en électrons secondaires et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Il est ainsi possible, en balayant le faisceau sur l'échantillon, d'obtenir une cartographie de la zone balayée. (Guerfi 2016)



**Figure 34 :** Principe de fonctionnement de microscopie électronique à balayage



**Figure 35:** Image de la microscopie à balayage-CRTSE

### ➤ **Diffractométrie de rayon X (DRX)**

La Diffraction des Rayons X (DRX) est une technique d'analyse qui permet d'étudier les différentes phases de matières et matériaux poly-cristallins, car elle identifie les composés cristallisés présentes dans un matériau ainsi que leurs différentes formes cristallographiques. Elle permet aussi d'accéder à de nombreuses informations contenues dans l'arrangement des éléments au sein d'un matériau ainsi que la texture de celui-ci.

Les rayons X envoyés sur l'échantillon, provoquent une oscillation du nuage électronique des atomes constituant la matière analysée. Ces oscillations provoquent une ré-émission d'ondes électromagnétiques de même fréquence : ce phénomène s'appelle la diffusion Rayleigh. La longueur d'onde des rayons X étant de l'ordre de grandeur des distances entre les atomes ( $10^{-10}$  m), les interférences des rayons diffusés vont être alternativement constructives ou destructives. Selon la direction de l'espace, on va donc avoir un nombre plus ou moins important de photons X : ce phénomène s'appelle la diffraction des rayons X (Max Von Laue, 1914).

Formellement, les directions dans lesquelles les interférences sont constructives peuvent être déterminées simplement par la formule de Bragg :

$$2. d. \sin \theta = n. \lambda \quad (8)$$

Où

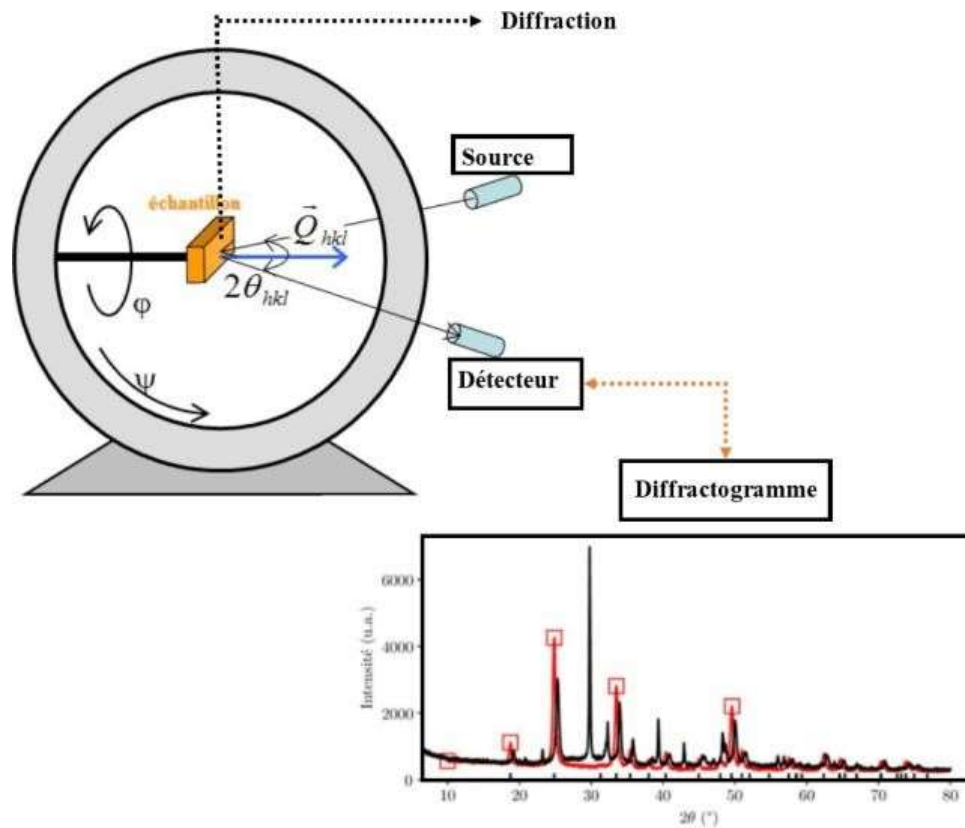
d : distance interréticulaire, c'est-à-dire la distance entre deux plans cristallographiques (cm)

$\theta$  : demi-angle de déviation (moitié de l'angle entre la direction du faisceau incident et celle du détecteur)

n : ordre de diffraction (n=1,2,3...)

$\lambda$  : longueur d'onde des rayons X (nm)

Tout échantillon cristallisé peut être analysé par diffraction des rayons X et à chaque phase cristalline correspond un ensemble caractéristique de pics de diffraction encore appelé diffractogramme. Le diffractogramme obtenu représente l'intensité du rayonnement diffracté en fonction des angles de diffraction. La position des raies dépend des dimensions de la maille élémentaire alors que l'intensité dépend de l'arrangement des atomes.



**Figure 36:** Principe de diffractométrie de rayon X (XRD)

## 11. Isolement des bactéries

### 11.1. Description du site de Sidi Kamber

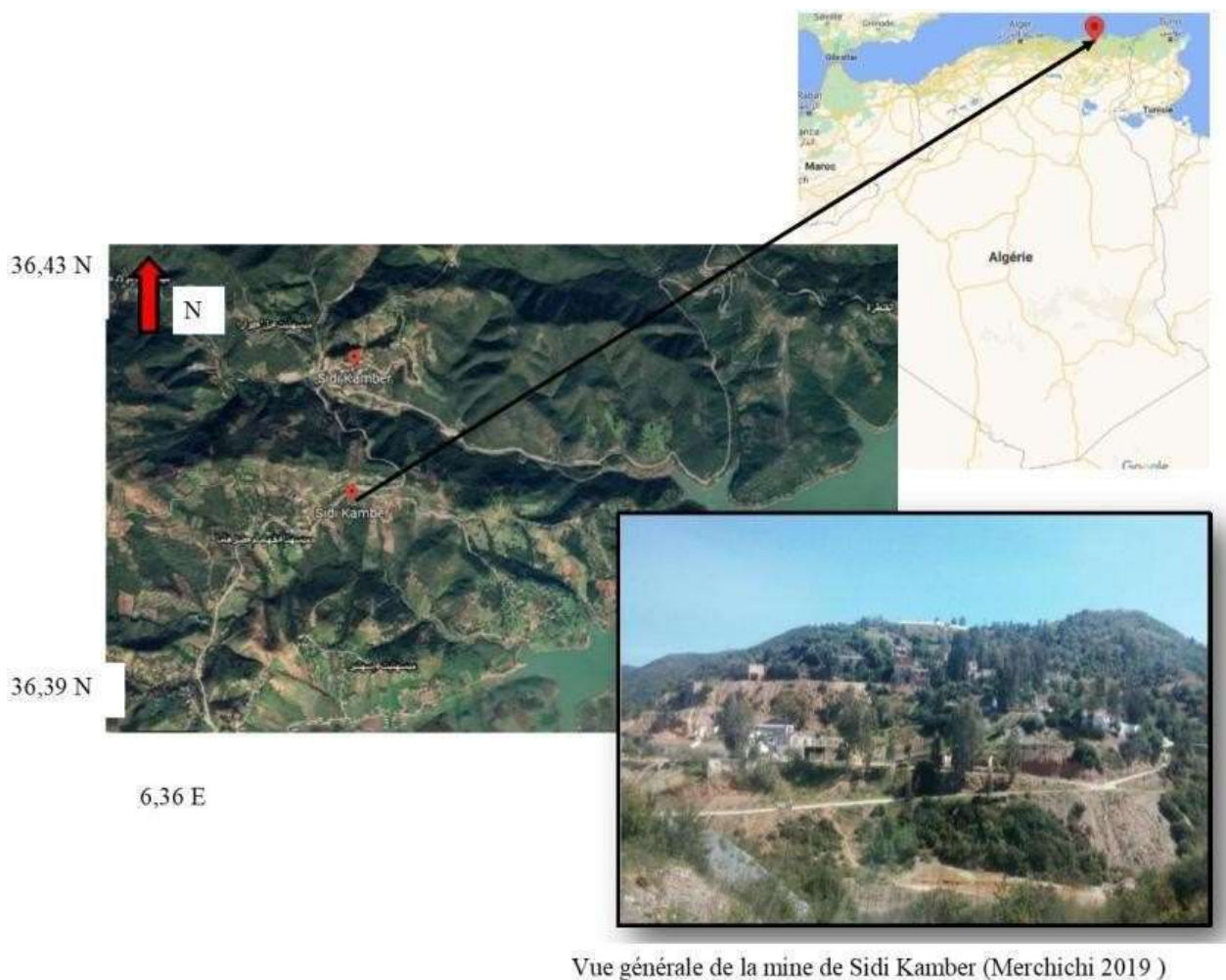
La mine abandonnée de Sidi Kamber est une mine polymétallique (Zn-Pb-Ba) est située au nord-est de l'Algérie, à 60 km de la ville de Skikda et à 70 km de Constantine ; elle est limitée par les communes suivantes : à l'Est : par Sidi Mezghiche ; au Sud : par Béni Ouelbane ; au Nord : par Tamalous, Bin El-Ouidane ; et à l'Ouest par Ain Kechera et les willayas de Jijel et Mila.

Les gisements de la mine Sidi Kamber sont constitués d'une série de veines métallifères à minéralisation de sulfures. La composition des minéraux du minerai est la suivante :

- Galène PbS (Pb 86,6%, S 13,4%, Ag 1%, Cr, Zn, Se, Bi, Sb, Mo).
- Sphalérite ZnS (Zn 67,1 %, S 9 %, Fe jusqu'à 20 %).
- Barytine BaSO<sub>4</sub>+Cd, In, Ca, Mn, Sn, Hg. Rarement marcassite, pyrite, chalcopyrite, pyrrhotite et parfois, petits cristaux de quartz et de calcite (Beddai 1976).



Les travaux modernes de l'exploitation minière ont commencé en 1890 avec une production très faible et des arrêts assez fréquents. Ce n'est qu'à partir de 1913 qu'il a commencé à avoir une production régulière (Beddai, 1976). En 1976, l'exploitation du plomb et du zinc est arrêtée et la barytine est exploitée à ciel ouvert jusqu'en 1984 où la mine est définitivement fermée (Oumdjbeur, 1986).



**Figure 37:** Localisation géographique de la mine de Sidi Kamber

## 11.2. Bactéries indigènes et exogènes :

L'utilisation de micro-organismes indigènes dans les processus de biolixiviation assure peu de distorsions écologiques et moins de temps d'adaptation. Cependant, il existe un débat quant à savoir si une communauté microbienne indigène est plus efficace qu'une communauté composée de souches microbiennes sélectionnées pour des traits physiologiques spécifiques. Afin de fournir des opinions réfléchies dans un tel débat des études de comparaison entre des bactéries indigènes et exogènes a été faite.

Selon l'article de "Bioleaching of the mixed oxide-sulfide copper ore by artificial indigenous and exogenous microbial community":

L'échantillon minéral a été collecté à Mulyashi, Luanshya en Zambie Mines de cuivre et sol à moins de 74µm de diamètre tandis que Les souches typiques de biolixiviation dans les consortiums exogènes ont été isolées des drainages miniers acides (AMD) de la mine de cuivre de Dexing (province du Jiangxi, Chine) et ont été identifiées par l'ADNr 16S. Les souches comprenant *A. ferrooxidans*, *S. thermosulfidooxidans*, *L. ferriphilum*, *F. thermophilum* et *A. caldus*...). De même, cinq espèces correspondantes isolées de la DMLA des mines de cuivre de Luanshya en Zambie ont été traitées de la même manière pour reconstituer un système de culture indigène (Rohwerder et al. 2003).

Une comparaison sur l'efficacité de lixiviation de la communauté microbienne indigène et exogène artificielle a été menée pour les conditions avec ou sans substrat énergétique :

- Sans substrat énergétique, les paramètres de lixiviation des souches indigènes et exogènes ont montré une tendance de variation similaire, qui pourrait être attribuée à la stagnation de la croissance des micro-organismes car la partie sulfurée du minerai ne pouvait pas fournir suffisamment de substrat énergétique.
- Cependant, les performances des souches indigènes et exogènes dans la condition avec substrat énergétique étaient évidemment différentes. Il semble que la plus faible activité des cinq souches indigènes ait des effets négatifs sur le processus de lessivage. Par rapport au groupe indigène, un taux de lixiviation plus rapide de l'ion cuivre, une densité cellulaire plus élevée et des valeurs de pH plus faibles ont été observés dans le groupe exogène en raison de leurs meilleures activités et stabilités, ce qui n'était pas bien en accord avec la première étude (Bryan et al., 2011).

Tandis que pour l'article "Comparison of indigenous and exogenous mesophilic bacteria for the bioleaching of low-grade copper ores", Trois souches dont *At. ferrooxidans FOX1*, *L. ferriphilum BN*

et *At. thiooxidans ZMB* ont été isolés de la mine de cuivre de Chambishi, en Zambie. *A. ferrooxidans YTW*, *L. ferriphilum YTW315* et *At. thiooxidans* ont été isolés de la mine de cuivre de Dexing, en Chine. Les souches de Dexing et les souches de Zambie ont été considérées respectivement comme des cultures natives et exogènes, et vice versa pour celle de Chambishi.

Le résultat a fourni la preuve que les cultures indigènes possédaient des activités microbiennes plus élevées que les cultures exogènes, indiquant la facilité des bactéries indigènes à s'adapter et à travailler dans leurs minerais d'origine.

### 11.3. Protocole analytique

#### 11.3.1. Préparation du milieu 9k

Le milieu 9k est un milieu de culture bactérienne, renfermant tous les nutriments nécessaires à la croissance bactérienne et essentiellement aux *acidithiobacillus ferrooxidans*.

Afin de préparer 1L de ce milieu de culture, il suffit de préparer deux solutions. Dans un premier Erlenmeyer de 500 mL, introduire les quantités de réactifs cités dans le tableau 2.1. Par la suite, la placer dans un autoclave à 121°C pendant 15 minutes.

**Tableau 9** : Réactifs utilisés pour la préparation du milieu 9K.

Réactif	(NH <sub>4</sub> )SO <sub>4</sub>	KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	MgSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	KCl	Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O
Concentration (g/L)	3	0.5	0.5	0.1	0.1

Dans un autre Erlenmeyer de 500mL, introduire 44.2g de FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O et le mettre sous agitation ensuite le filtrer à l'aide d'un filtre-seringue. Après avoir sorti la première solution de l'autoclave, mélanger ces deux dernières et ajuster le pH de la solution obtenu à 1.8 à l'aide d'une solution d'acide sulfurique H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (C=0.178 mol/L) via une micropipette.

### 11.3.2. Préparation des échantillons à la biolixiviation

- Tamiser le rejet de flottation et de gravimétrie de Sidi Kamber et le tout-venant de la mine d'Ichmoul avec une granulométrie de 80 $\mu$ m.
- Peser 15g des deux rejets de Sidi Kamber et 3 fois 15g du Tout-venant d'Ichmoul.
- Dans des erlenmeyers de 250 mL, introduire 15g de chaque échantillon ainsi que 100mL de Milieu 9K.
- Mettre les 5 préparations dans un incubateur sous une température de 32°C et 105 rotations/minute pendant 6 jours et mesurer les paramètres suivants : pH, potentiel oxydo-réducteur ainsi que la densité optique des échantillons.
- Après un isolement de 6jours, Transvaser le contenu des erlenmeyers dans des flacons et les mettre sous centrifugation pendant 30 minutes à 3500 rotations/minute et récupérer le culot.
- Dans des erlenmeyers de 250mL, introduire le culot récupéré de chaque échantillon et compléter avec 100mL de milieu 9k et incuber pendant 30minutes à 32°C.
- A l'aide de filtres-seringues, filtrer les solutions incubées. Verser ce filtrat dans des erlenmeyers de 250mL et compléter avec 10g du tout-venant d'Ichmoul ainsi que 90mL de milieu 9K.



**Figure 38:** Schéma représentatif de l'isolement bactérien

Le suivi du potentiel d'hydrogène, du potentiel d'oxydo-réduction ont été faits par des mesures et lectures directes par le biais d'un pH-mètre multifonction (Red/Ox et potentiel ionique) EUTECH ION2700.

Concernant la mesure de la densité optique du milieu, elle se fait avec le spectrophotomètre « LANGE DR 280 » en nous permettant de mesurer l'absorbance du milieu et par la suite via des calculs de convertir cette valeur en densité optique en s'aidant de la formule suivante :

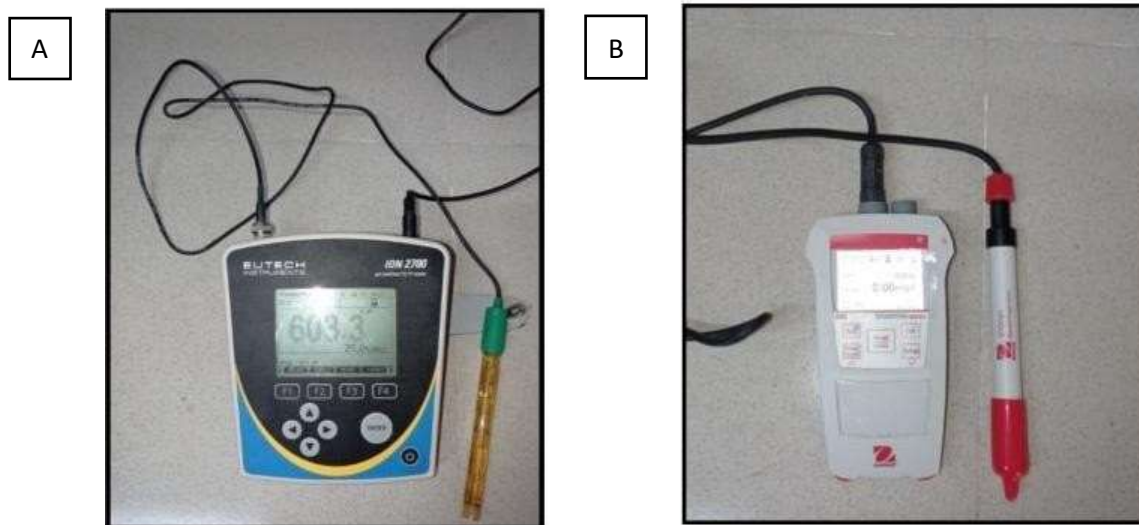
$$DO = (DO_{\text{échantillon}} - DO_{\text{Milieu 9K}}) * F_d \quad (9)$$

Tel que 1DO  $\rightarrow$   $2,2 * 10^9$  UFC/mL (1)

Ou bien 1DO  $\rightarrow$  0,7g/L de biomasse sèche (2)

Ou alors 0,1 DO  $\rightarrow$   $2 * 10^6$  Bactéries/mL (3)

Nous avons choisi d'effectuer nos calculs via la formule (2).



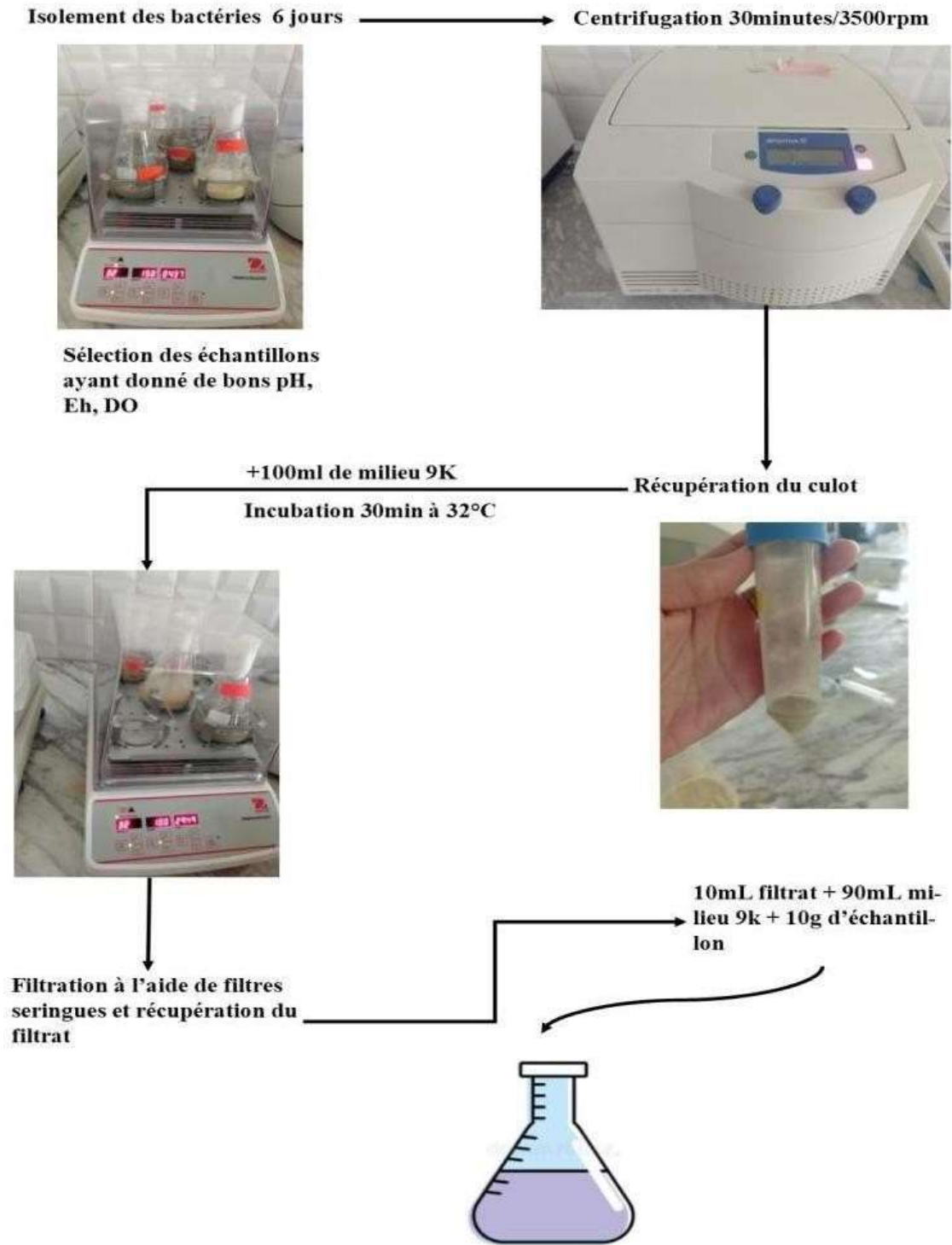
**Figure 39: A /** pH-mètre multifonction (Red/Ox et potentiel ionique) EUTECH ION2700

**B/ Oxymètre OHAUS STARTER**



**Figure 40:** Spectromètre LANGE DR 280

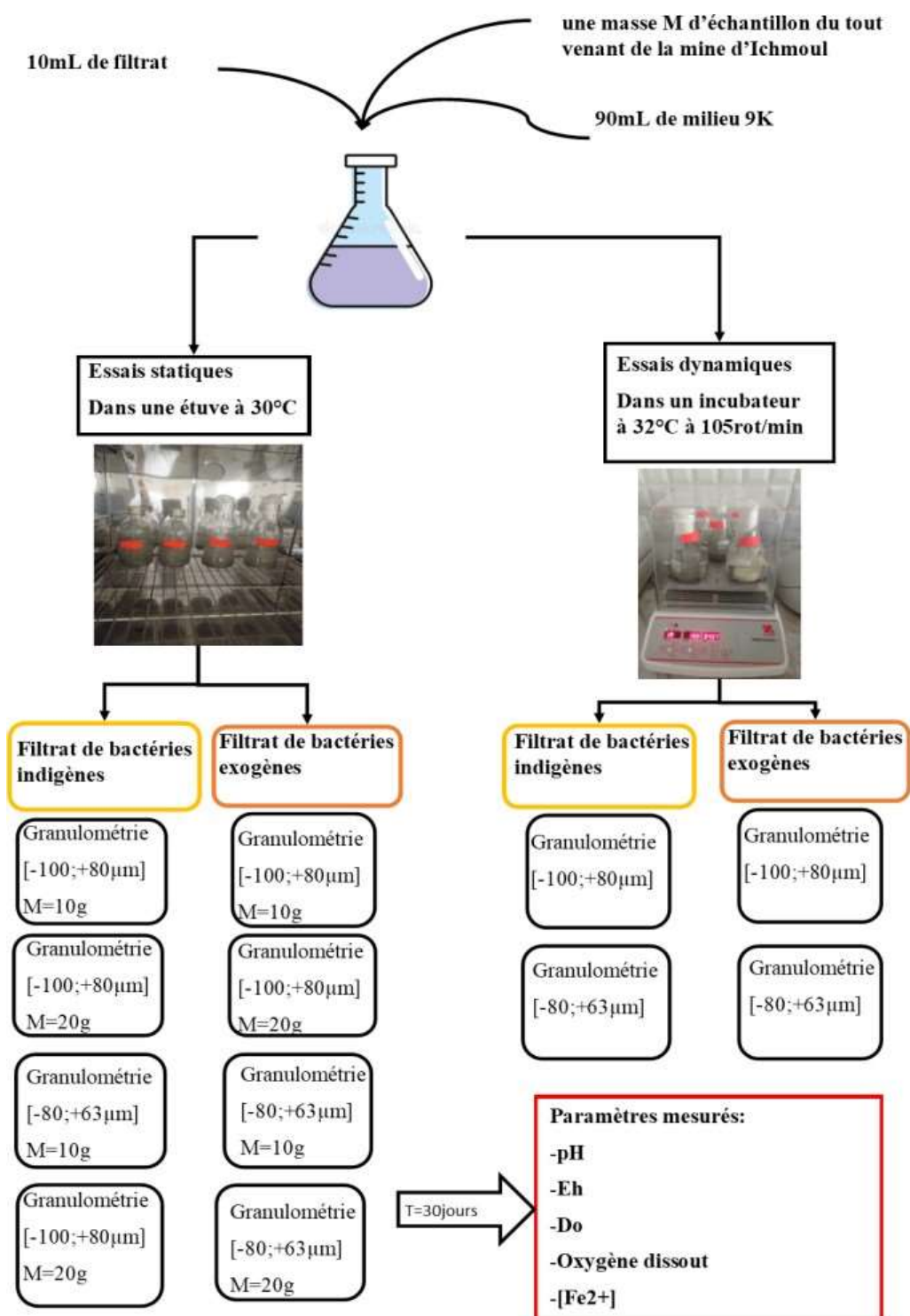
Après un isolement de 5 jours pour le minerais de Sidi Kamber et 6 jours pour le minerais d'Ichmoul, les échantillons ont été retirés de l'incubateur et ont été centrifugés à l'aide d'une centrifugeuse Sigma pendant 30 minutes à 3800 rotations/minute.



**Figure 41:** Schéma représentatif de la préparation des échantillons à la biolixiviation



## 12. Essais de biolixiviation :

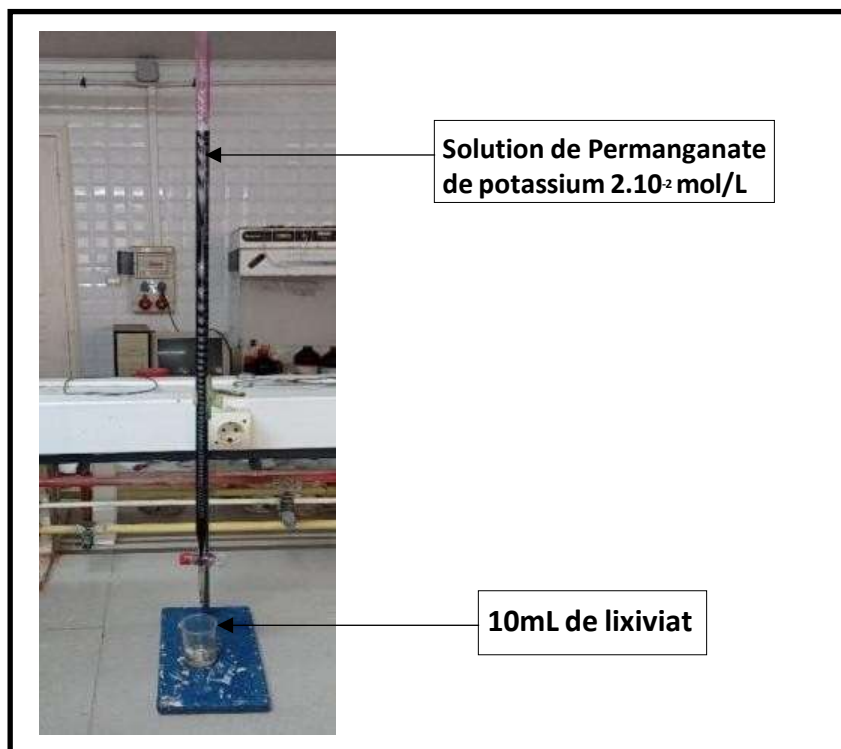


**Figure 42:** Schéma représentatif de l'essai de biolixiviation

Le suivi du potentiel d'hydrogène, du potentiel d'oxydo-réduction ainsi que la densité optique ont été faits de la même façon et avec les mêmes appareils de mesure que lors de l'isolement bactérien.

Concernant la mesure de l'oxygène dissout, elle se fait par le biais de l'oxymètre « OHAUS STARTER 400D » par lecture directe.

Les mesures du fer ferreux ont été en revanche faites via un titrage avec le permanganate de potassium de concentration de  $2 \cdot 10^{-2}$  mol/L et lecture du volume équivalent pour ensuite calculer la concentration de fer ferreux. Le schéma du protocole est montré sur la figure ci-dessous :



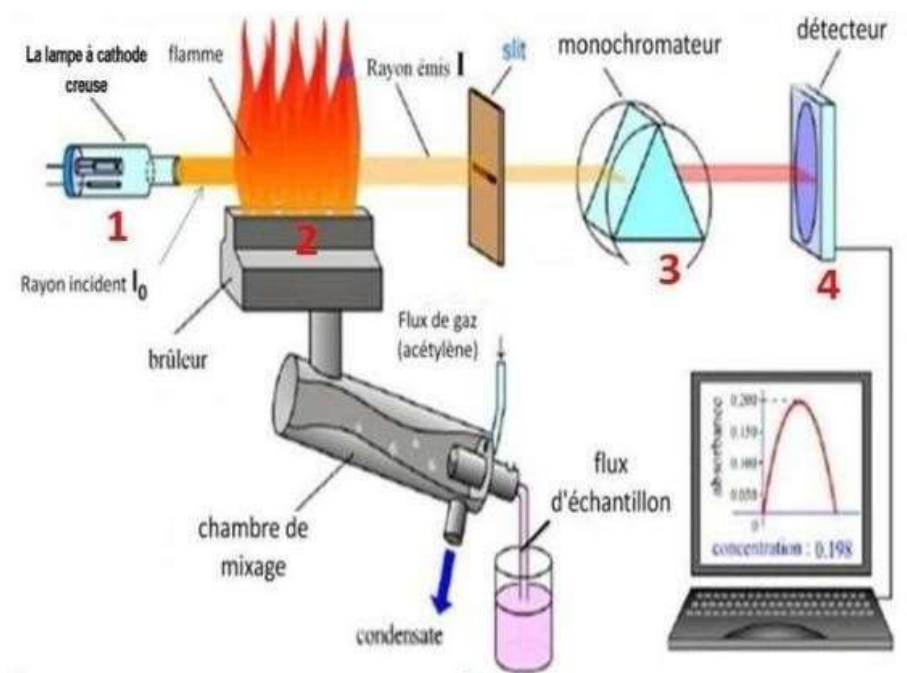
**Figure 43:** Montage de détermination de la teneur du  $Fe^{2+}$

### 13. Caractérisation post-traitement

#### ➤ Spectrométrie d'Absorption Atomique « SAA »

Il s'agit d'une technique d'analyse chimique permettant de quantifier les éléments métalliques en solutions grâce à une énergie fournie à l'atome provenant d'une source lumineuse appelée lampe à cathode creuse. L'atome dans son état de base, absorbe l'énergie lumineuse à une longueur d'onde spécifique et passe à un état d'excitation. Un détecteur mesure la quantité de lumière absorbée et un signal électronique est produit en fonction de l'intensité lumineuse. La quantité d'analyte dans l'échantillon est exprimée en fonction de l'absorbance mesurée. Le contact entre

les atomes et la source lumineuse est assurée par la cellule d'absorption qui est, en fait, une flamme générée par la combustion d'acétylène en présence d'oxygène. L'échantillon à analyser est aspiré par l'appareil et transformé en aérosol. La flamme atomise ensuite les éléments contenus dans l'aérosol et les place en travers le faisceau de la lampe à cathode creuse, cette dernière émet le spectre lumineux spécifique à l'élément analysé. La cathode et l'anode de la lampe, se composent uniquement de l'élément à analyser. Le potentiel électrique appliqué entre elles ionise le gaz contenu dans la lampe. Les atomes vont s'exciter en entrant en collision avec les ions de gaz et reviennent rapidement à leur état primaire en libérant de l'énergie lumineuse.



**Figure 44:** Schéma représentatif principe de fonctionnement de la SAA



**Figure 45:** Appareil de la SAA – Universal Lab

### Mode opératoire

- a. Préparation de la solution de référence « Le blanc » : solution d'eau purifiée.
- b. Préparation des solutions de standards « solutions étalons » :

A partir d'une solution mère de 20mg/L du métal que l'on veut détecter, nous effectuons une série de dilutions permettant d'obtenir des standards à différentes concentrations qui serviront par la suite à obtenir la courbe d'étalonnage « calibration » de l'appareil pour l'analyse du métal voulu et ainsi obtenir un bon encadrement des concentrations des échantillons analysés et une bonne précision de lecture.

Pour l'analyse du Cuivre par exemple, des standards de concentrations 1,2,3,4,5 mg/L ont été préparés à partir d'une solution mère de Cuivre de 20mg/L.

Les concentrations adéquates des standards sont définies selon la distribution des concentrations du métal recherché dans les échantillons définis par une analyse SAA préliminaire (en supposant une concentration maximale et minimale).

c. Préparation des échantillons à analyser :

Si la concentration du métal analysé est comprise dans l'intervalle de calibration, l'analyse se fera dans l'échantillon brut directement.

Dans le cas échéant, une dilution sera faite de sorte à ce que la concentration du métal analysé soit comprise dans cet intervalle.

d. Placer les échantillons, les standards (dans l'ordre croissant de concentration) ainsi que le blanc dans leurs positions respectives dans l'autosampler et lancer l'analyse SAA.

Une courbe de calibration ainsi que les résultats sous forme d'un tableau regroupant le nom de l'échantillon, sa position dans l'autosampler, l'absorbance ainsi que la concentration du métal dans celui-ci sont affichés comme montré dans la figure 45.

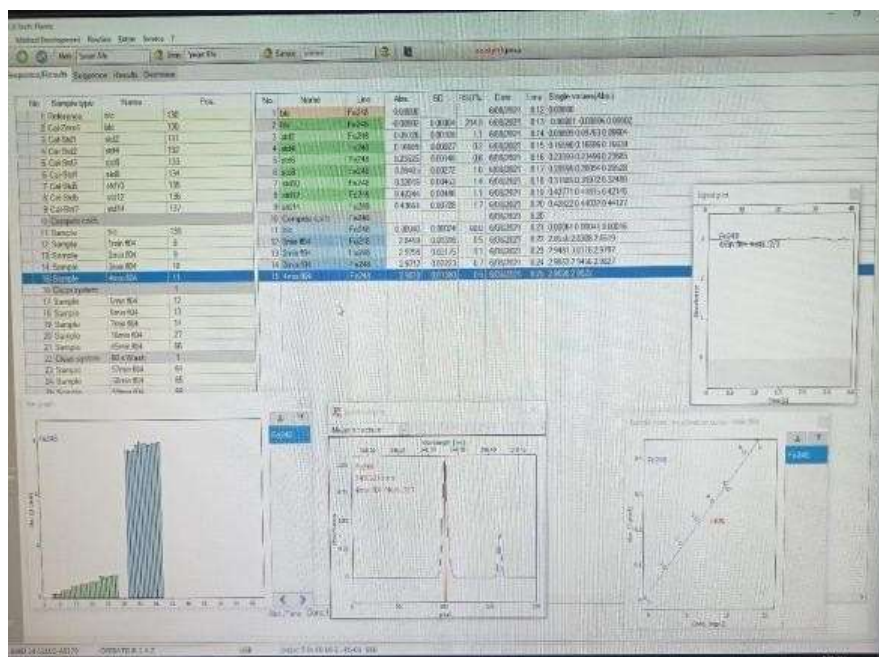
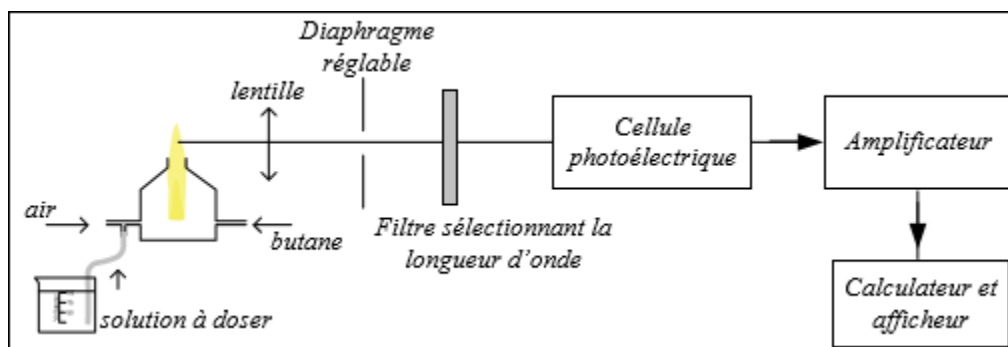


Figure 46: Affichage de résultats pour la SAA

### ➤ Photomètre à flamme

Le photomètre de flamme est constitué de trois éléments : le brûleur, le monochromateur et d'une cellule photoélectrique, d'un amplificateur et d'un afficheur.



**Figure 47:** Schéma de principe d'un photomètre de flamme

Le brûleur : Il fournit une flamme dans laquelle on pulvérise la solution à analyser.

Le monochromateur : permet de sélectionner la longueur d'onde caractéristique de l'élément à doser, il est composé de filtres.

Le récepteur photoélectrique : Il est composé d'une cellule photoélectrique qui transforme le flux lumineux en intensité électrique. La lecture est obtenue sous forme digitale.

Pour une même température de flamme, l'intensité de la radiation émise est proportionnelle à la concentration de l'élément à doser si celle-ci est faible.



**Figure 48** : Photomètre à flamme-JENWAY PFP7 FLAME

**Mode opératoire :**

Afin de préparer les solutions étalon, nous avons préparé 500 mL d'une solution mère renfermant 4,44g/L de Baryum à partir de Barium chloride dihydrate.



**Figure 49** : Préparation des étalons de Baryum

Nous avons par la suite préparé une série de solutions étalons par dilution de la solution mère ayant pour concentration 1, 5,10,20,40 mg/L.

➤ **Etalonnage du photomètre de flamme et mesure**

- Réglages préliminaires

Le flux lumineux reçu par la cellule contient la somme de deux flux : L'un provient de l'émission de l'élément à doser, L'autre provient de la flamme elle-même. Cette dernière émission est le fond de flamme. Ce fond de flamme peut être compensé à l'aide de boutons qui permettent de ramener la valeur de l'indication à zéro lorsque l'échantillon est constitué d'eau distillée. Le photomètre étant branché et réglé sur la position Na (ou K), pulvériser de l'eau distillée et faire le réglage du zéro (Afficher 0 à l'aide du bouton « Blank »)

- Mesure

Placer le filtre sur Ba.

Faire passer la solution étalon fille la plus concentrée.

Faire passer ensuite les autres solutions étalons filles, noter l'indication correspondante à chaque solution.

Faire passer la solution à doser, noter la graduation .Dans le cas où la concentration de baryum est trop élevée dans l'échantillon concentré et que celle-ci dépasse la limite de lecture, des dilutions doivent être faites.

Entre chaque mesure, rincer le dispositif de pulvérisation à l'eau distillée.



# **RÉSULTATS ET DISCUSSION**

Ce chapitre présente tous les résultats et les interprétations des différentes expérimentations effectuées dans notre travail. Tout d'abord, les propriétés physico-chimiques, chimiques et minéralogiques des échantillons. Par la suite, les résultats de l'isolement de bactéries exogènes et indigènes et enfin les résultats de la valorisation de notre minerai par la biolixiviation via les deux méthodes statiques et dynamiques ainsi que l'influence des différents paramètres variés sur la qualité de la valorisation.

## **14. Caractérisation des échantillons**

### **14.1. Caractérisation physico-chimique**

#### **14.1.1. Potentiel d'hydrogène (pH)**

La valeur du pH du tout-venant du minerai d'Ichmoul est de :

$$\text{pH (Tout venant d'Ichmoul)} = 8,07$$

Le résultat de mesure a montré un pH alcalin, pouvant être expliqué par la présence des d'oxydes basiques tels que l'Oxyde de magnésium (MgO) ainsi que l'Oxyde de calcium (CaO).

#### **14.1.2. Porosité p(%)**

2 essais ont été effectués afin de minimiser l'erreur. Le tableau résume les résultats de la porosité d'après la formule :

$$P\% = (V_p / V \text{ échantillon}) \times 100$$

Avec :

$$V_p = V_2 - V_1$$

**Tableau 10 : Résultats de la porosité**

Essais	Essai 1	Essai 2
Volume du sol déshydraté V0 (mL)	50	50
Volume d'eau distillé ajouté V1 (mL)	70	70
Volume total de la solution V2 (mL)	104,5	103
Volume des pores Vp (mL)	34,5	33
P (%)	69	66

La porosité de l'échantillon est de : **p%=67,5** donc l'échantillon est considéré comme poreux.

#### **14.1.3. Densité apparente ( $\rho$ apparente)**

Les résultats de la densité apparente sont représentés dans le tableau :

**Tableau 11 : Résultats de la densité apparente**

Essais	1	2	3
Masse du bécher vide M <sub>1</sub> (g)	253	255	255
Masse totale (Bécher-échantillon) M <sub>2</sub> (g)	2599	2580	2598
$\rho$ apparente (g/cm <sup>3</sup> )	0,49	0,49	0,49

La densité apparente est donnée par la formule :

$$\rho \text{ apparente} = (M_2 - M_1) / V$$

Ici le volume du bécher est de 4700 cm<sup>3</sup>.

Les résultats obtenus ont montré que la densité apparente de l'échantillon est de **0,49 g/cm<sup>3</sup>**.

#### **14.1.4. La densité absolue ( $\rho$ réelle)**

Deux essais ont été effectués afin de minimiser l'erreur, Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau.

**Tableau 12 : Résultats de la densité absolue**

Essais	Essai 1	Essai 2
M <sub>1</sub> (Pycnomètre vide) (g)	37	37
M <sub>2</sub> (Pycnomètre avec eau) (g)	84	85
M <sub>3</sub> (Pycnomètre avec matériau) (g)	54	72
M <sub>4</sub> (Pycnomètre avec matériau+ eau) (g)	102	150
$\rho_{\text{absolue}} \text{ (g/ Cm}^3 \text{ )} = \frac{M_3 - M_1}{M_2 + M_4 - M_1 - M_2}$	0,26	0,3

Tel que volume de pycnomètre est 100 cm<sup>3</sup>.

#### 14.1.5. Teneur en eau

Les résultats des valeurs de teneur en eau sont représentés dans le tableau 2 :

**Tableau 13 : Résultats des valeurs des teneurs en eau**

Essais	Essai 1	Essai 2
M1 (g)	23	29
M2 (g)	22,64	26,6
Teneur W%	1,59	9,02

$$W_{\text{moy}} = 5,30$$

Les résultats montrent une très faible teneur en eau du minerai à une moyenne 5,3 %.

#### 14.1.6. Détermination de la perte au feu (PAF)

**Tableau 14: Résumé des résultats de l'essai de PAF**

Masse du creuset vide (g) <b>M0</b>	<b>17,42</b>
Masse de l'échantillon après séchage (g) <b>M1</b>	<b>27,43</b>
Masse de l'échantillon après calcination <b>M2</b>	<b>27</b>

D'après la formule ci-dessous, la perte au feu de l'échantillon est de :

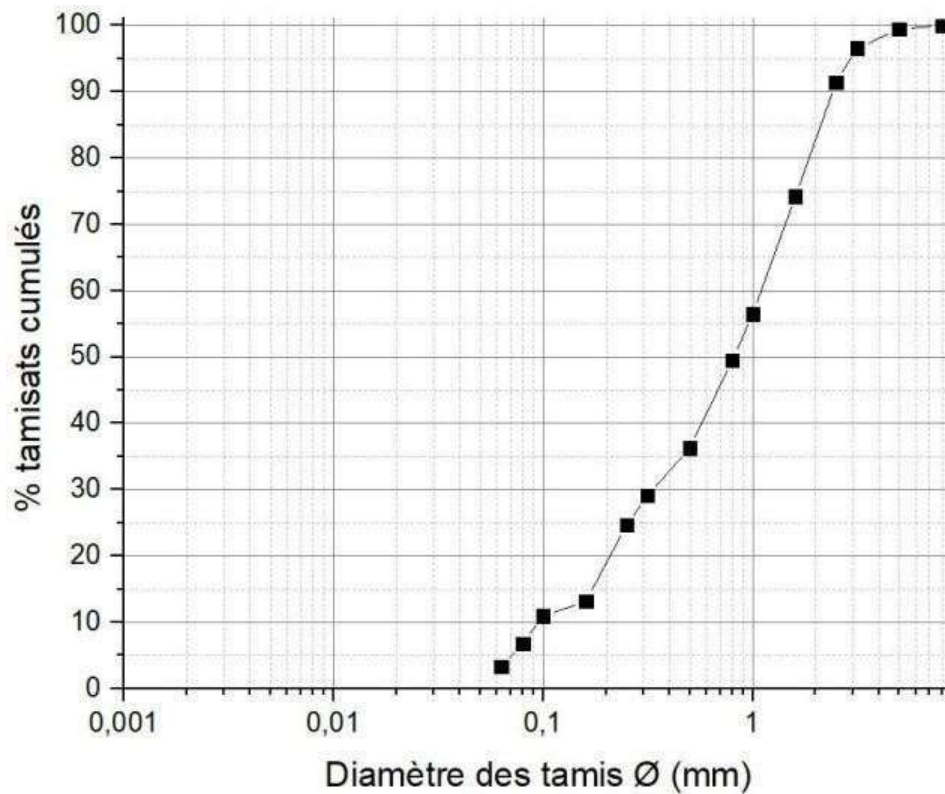
$$\%PAF = [(M1-M0) - (M2-M0) / (M1-M0)] \times 100.$$

<b>%PAF= 4,29 %</b>
---------------------

#### 14.1.7. Analyse granulométrique

**Tableau 15:** Résultats de l'analyse granulométrique

Diamètre Ø(mm)	Refus(g)	Refus cumulés (g)	% Refus cumulés	% Tamisats cumulés
>10	0	0	0	100
[-10;+8]	0	0	0	100
[-8;+5]	5,3107	5,3107	0,53	99,46
[-5;+3,15]	29,0144	34,3251	3,43	96,56
[+3,15;+2,5]	52	86,3251	8,63	91,36
[-2,5;+1,6]	171	257,3251	25,73	74,26
[-1,6;+1]	178	435,3251	43,53	56,46
[-1;+0,8]	70	505,3251	50,53	49,46
[-0,8;+0,5]	132	637,3251	63,73	36,26
[-0,5;+0,315]	72	709,3251	70,93	29,06
[0,315;+0,25]	44	753,3251	75,32	24,66
[-0,25;+0,16]	115	868,3251	86,83	13,16
[-0,16;+0,1]	22	890,3251	89,03	10,96
[-0,1;+0,08]	42	932,3251	93,23	6,76
[0,08;+0,063]	35	967,3251	96,73	3,26
Fond <0,063	29	Total récupéré : 996,3251	99,63	0,36
total	996,32			



**Figure 50** : Distribution granulométrique de l'échantillon d'Ichnoul

Voici le tableau de résultat :

**Tableau 16** : Résultats de l'analyse granulométrique

Echantillon	Résultats
$d_{10}$	0,1
$d_{30}$	0,315
$d_{60}$	1,06
Coefficient d'uniformité $C_u = d_{60} / d_{10}$	10,6
Coefficient de courbure $C_c = d_{30}^2 / (d_{10} \times d_{60})$	0,936

D'après les résultats de la distribution granulométrique de l'échantillon d'Ichnoul et les valeurs calculées des coefficients d'uniformité et de courbure basés sur la courbe granulométrique, nous constatons que la courbe de distribution granulométrique de l'échantillon est discontinue car le coefficient de courbure est inférieur à 1 ( $C_c \leq 1$ ) ; tandis que la granulométrie de ce sol est semi-graduée ( $5 \leq C_u \leq 20$ ).

Nous remarquons que la fraction granulométrique prépondérante est celle dont le diamètre dépasse 0,8mm avec un taux de 50,71% en poids de particules ainsi que l'absence de particules grossières et un faible pourcentage en poids (9.93%) de la fraction [-0,16 ; +0,063 mm] et une distribution de 36.03% de celles-ci dans l'intervalle [-0,8 ; +0,16mm].

## 14.2. Caractérisation chimique

### 14.2.1. Spectrométrie de fluorescence (XRF)

Avant de procéder à la biolixiviation du minerai d'Ichmoul, nous effectuons les analyses XRF du tout-venant de cette mine à l'aide de l'appareil ... afin déterminer la composition chimique élémentaire que contient l'échantillon ainsi que les oxydes qui y sont présents.

**Tableau 17** : Caractérisation chimiques élémentaire de minerai d'Ichmoul

Eléments	Pourcentage de l'élément (%)
Ni	0,21
Pb	8,24
S	6,84
Ca	7,01
V	0,45
Mn	0,73
Fe	2,79
Cu	0,19
Zn	0,12
Sr	1,42
Mo	0,004
Ba	68,24
Nb	0,006
Si	3,66

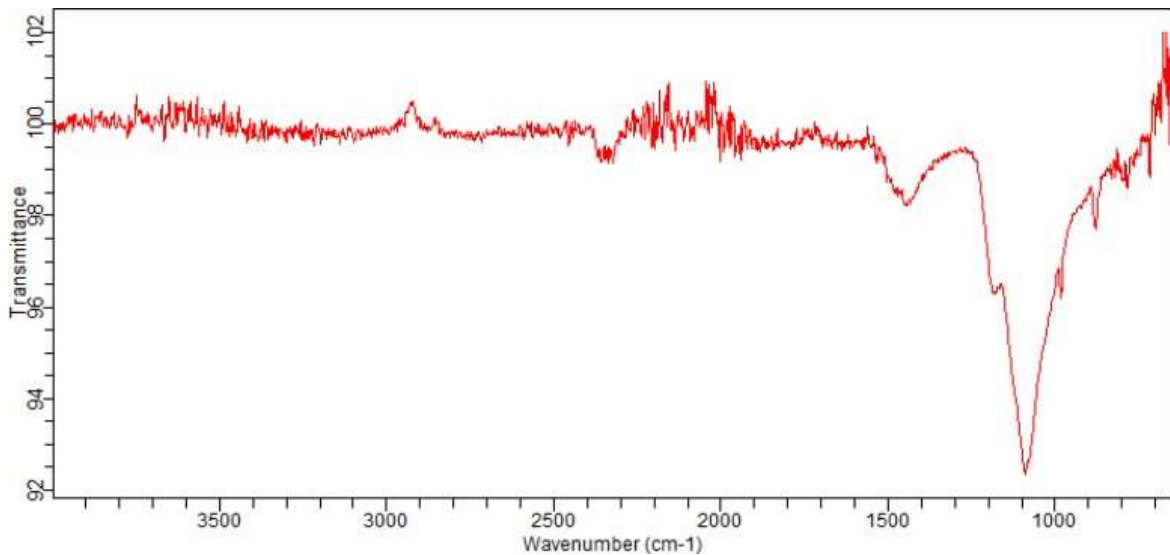
**Tableau 18** : Caractérisation chimiques des oxydes pour le minerai d'Ichmoul

Eléments	Pourcentage d'oxydes (%)
SiO <sub>2</sub>	15,02
MgO	26,19
CaO	18,64
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,6
SO <sub>3</sub>	32,53

#### 14.2.2. Spectroscopie infrarouge à transformer de fourrier (FT-IR)

L'essai a été effectué avant la biolixiviation du minerai ainsi qu'après l'expérience afin de comparer les différents groupements fonctionnels qui ont pu apparaître après traitement.

Le spectre infrarouge de l'échantillon brut du minerai Plombo-Barytique d'Ichmoul a été enregistré entre 4 000 et 600 cm<sup>-1</sup>. L'analyse indique une bande principale forte correspondant au groupe fonctionnel des sulfures S-O prouvant donc la présence de ceux-ci dans le tout-venant.



**Figure 51** : Spectre infrarouge du tout venant de la mine d'Ichmoul avant traitement



### 14.3. Caractérisation minéralogique

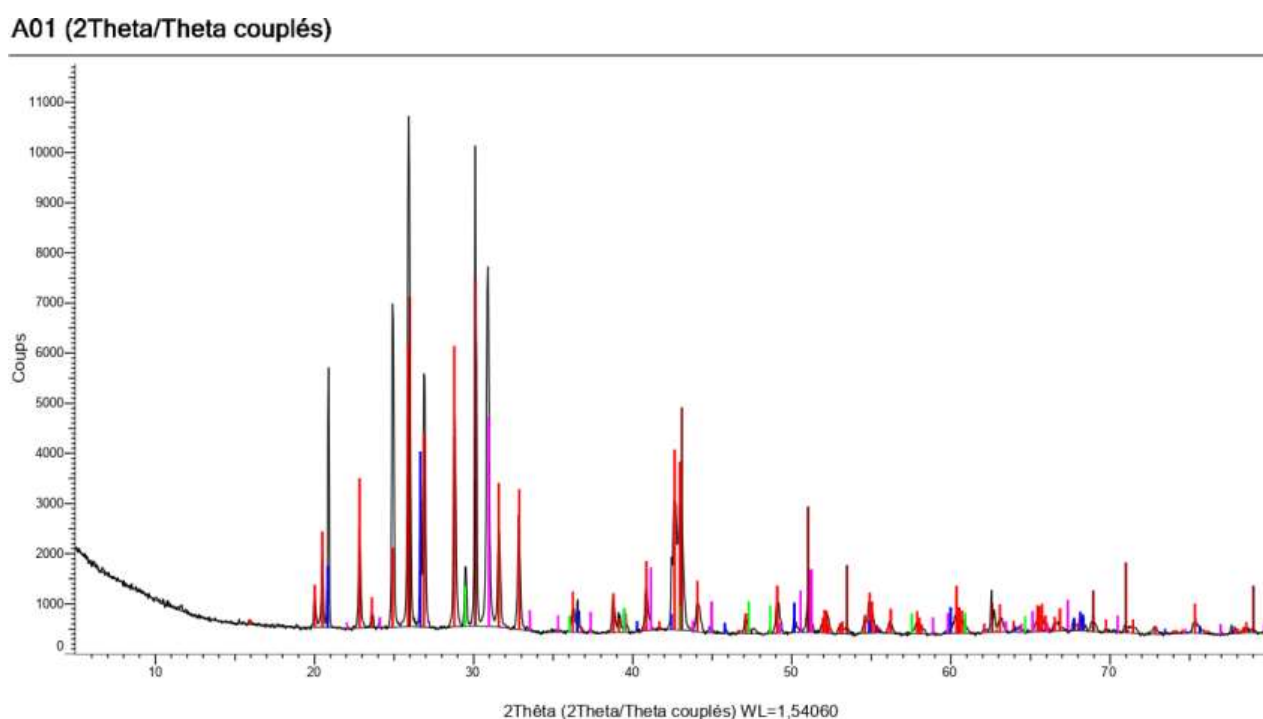
#### 14.3.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Afin d'observer l'arrangement des grains, la structure morphologique, la présence des EPS, nous avons effectué une analyse de l'échantillon avant et après traitement à l'aide du MEB au niveau du centre de recherche scientifique et technique en analyses physico-chimiques (CRAPC).

#### 14.3.2. Diffractométrie de rayon X (DRX)






Dans le but d'identifier les composés cristallisés dans notre échantillon nous avons effectué une analyse avant traitement à l'aide du DRX au niveau de laboratoire du CRAPC.

Après analyse au diffractomètre de rayon X, le résultat obtenu est représenté comme ci-dessous :



**Figure 52:** Résultat de l'analyse par DRX

**Tableau 19:** Résultats de l'analyse par DRX avec légendes

Icône	Nom du composé	Formule	S-Q
	Baryte, syn	BaSO <sub>4</sub>	23,9%
	Quartz, low	SiO <sub>2</sub>	11,5%
	Calcite	CaCO <sub>3</sub> / CaO CO <sub>2</sub>	9,6%
	Dolomite	CaMg(CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	49,4%
	Galène,syn	PbS	5,6%

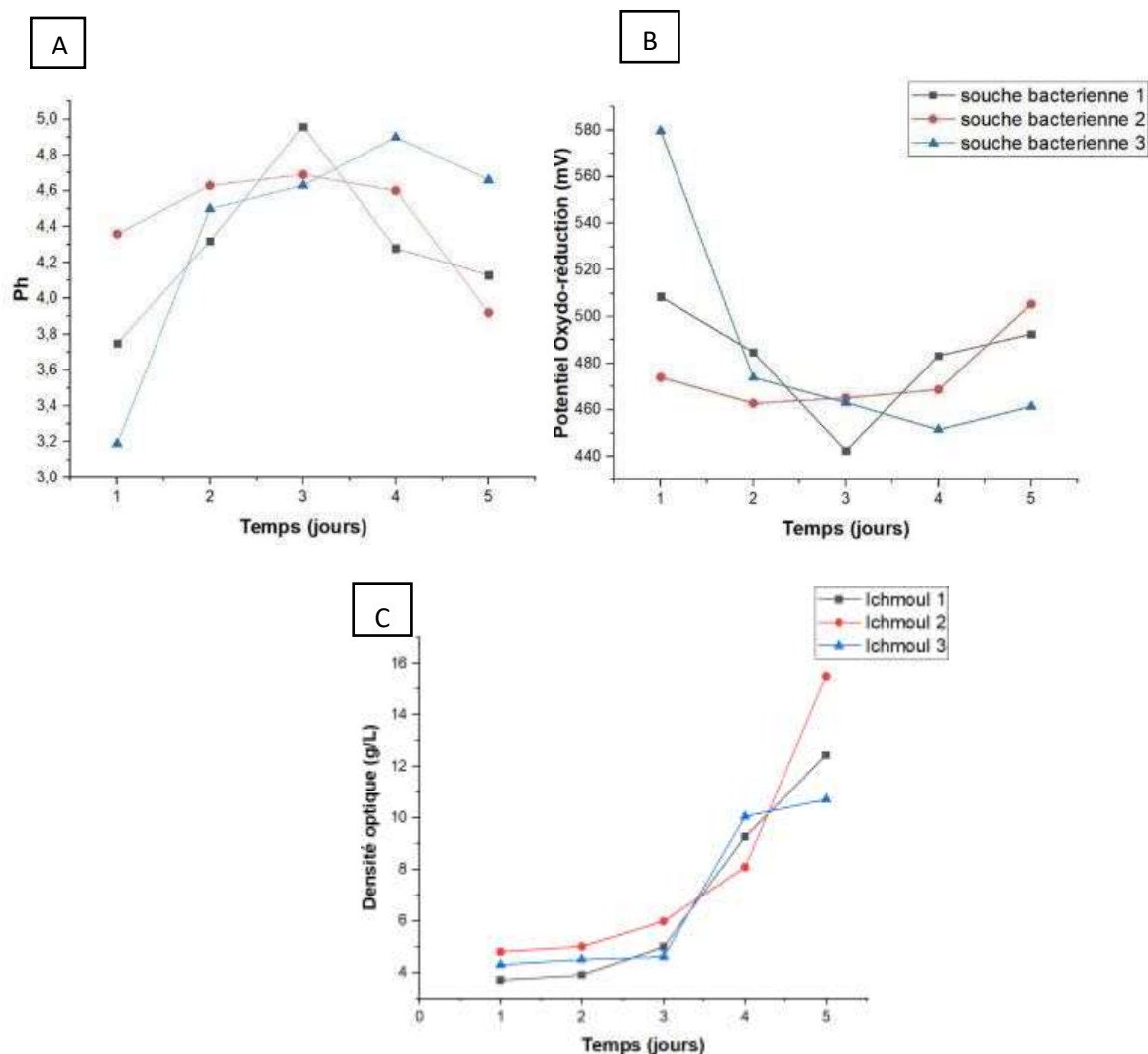
L'analyse quantitative par DRX de l'échantillon du tout-venant de la mine d'Ichmoul avant biolixiviation a démontré qu'il était constitué de Dolomite ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) (49.4%) de baryte  $\text{BaSO}_4$  (23.9%), ainsi que de Quartz ( $\text{SiO}_2$ ) 11,5% et de Calcite à 9,6% ainsi que de galène à 5,6%.

## **1. Isolement des bactéries**

Pendant les cinq jours d'isolement des bactéries indigènes et exogènes, un suivi quotidien du potentiel d'hydrogène (pH), du potentiel d'hydrogène (redox) ainsi que la densité optique des échantillons a été fait afin de vérifier la présence d'une vie bactérienne dans ces deux milieux.

Les résultats ont été présentés sous formes des graphes suivants

## 1.1. Bactéries indigènes



**Figure 53** : Évolution des paramètres chimiques et électrochimiques en fonction du temps pour les 3 souches bactériennes. **A**: Évolution du Ph. **B**: Évolution du potentiel redox. **C**: Évolution de la densité optique.

### • Potentiel d'hydrogène

La figure A représente l'évolution du potentiel d'hydrogène de la souche bactérienne indigène pour les 3 essais d'isolement bactérien en fonction du temps.

Au cours des trois premiers jours, le pH augmente avec une vitesse assez élevée pour la souche bactérienne 1 partant d'un pH initial de 3,75, il heurte une valeur maximale de 4,96 au troisième jour pour redescendre graduellement au bout des deux jours qui suivent jusqu'à atteindre une valeur de 4,13 au cinquième jour. Pour la souche bactérienne 2, ayant un pH initial de 4,36 ; elle passe par une hausse de pH au bout des trois premiers jours (pH=4,6) ensuite par une diminution aux deux derniers

jours (pH=3,92). Quant à la troisième souche bactérienne, ayant un pH initial de 3,19, on remarque une hausse de pH pendant les quatre premiers jours (pH=4,9) puis une baisse au dernier jour (pH=4,66).

L'augmentation du pH peut être expliquée par la dissolution de quelques minéraux présents dans la gangue tandis que la diminution est due à l'action bactérienne qui se manifeste par l'oxydation des minéraux sulfurés présents dans l'échantillon comme la pyrite.

- **Potentiel d'oxydoréduction**

La figure (B) illustre l'évolution du potentiel d'oxydoréduction de la souche bactérienne indigène pour les 3 essais d'isolement bactérien en fonction du temps.

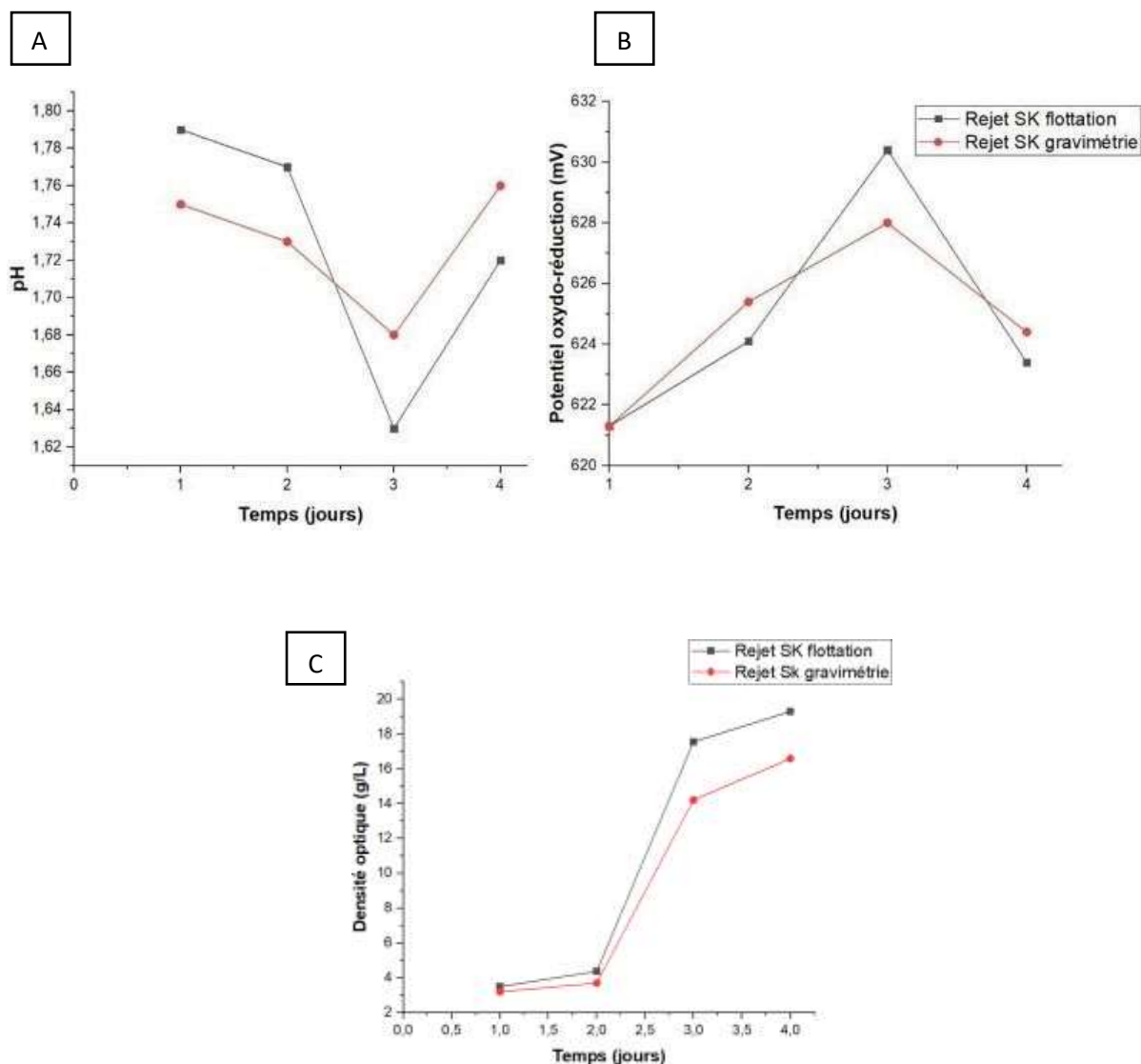
Il ressort de cette figure principalement 2 différentes parties. La première partie (3-4 premiers jours) se caractérise par une diminution du potentiel d'oxydoréduction, les trois souches bactériennes 1,2 et 3 passent d'un Eh initial de 508,5mV, 473,9mV, 579,7mV à un Eh de 442,5mV, 468,6mV et 451,5mV respectivement. La deuxième partie se désigne par une augmentation du potentiel d'oxydoréduction où le Eh s'amplifie avec une grande vitesse atteignant un pic de 492,5mV pour la première souche et de 505,3mV pour la deuxième souche et une valeur de 461,4 pour la troisième au bout du cinquième jour.

La première phase de diminution du Eh au début est attribuée au phénomène de lixiviation chimique par le biais des ions ferriques présents dans les souches bactériennes initialement. La deuxième phase d'augmentation quant à elle, est traduite par une croissance exponentielle des bactéries.

- **Densité optique**

Nous constatons d'après la figure C que la densité optique est stable pour les 3 essais durant les 3 premiers jours correspondant à la phase de latence de la croissance bactérienne durant laquelle la bactérie s'imprègne du milieu nutritif et s'y adapte, suivie d'une phase d'augmentation exponentielle arrivant jusqu'à une valeur de 16g/L pour le deuxième essai, partie équivalente à la phase de croissance exponentielle de la bactérie durant laquelle celle-ci connaît une vitesse de croissance très forte et est la plus active.

## 1.2. Bactéries exogènes



**Figure 54** : Évolution des paramètres chimiques et électrochimiques en fonction de la durée de l'essai pour les rejets de flottation et de gravimétrie de la mine de Sidi Kamber : **A** : Évolution du pH **B** : Évolution du potentiel redox. **C**: Evolution de la densité optique.

### Potentiel d'hydrogène

La figure A représente l'évolution du potentiel d'hydrogène des deux souches bactériennes exogènes de rejet de gravimétrie et de flottation de Sidi Kamber en fonction du temps.

Au cours des trois premiers jours, le pH diminue avec une vitesse moyenne pour les deux souches bactériennes de rejet de flottation et de rejet de gravimétrie démarrant d'un pH initial de 1,79 et de 1,75 respectivement pour heurter une valeur minimale de 1,63 et de 1,68 respectivement au

troisième jour. Au cours des deux jours qui suivent le pH augmente graduellement jusqu'à atteindre une valeur de 1,72 pour le rejet de flottation et de 1,76 pour le rejet de gravimétrie au quatrième jour.

La diminution du pH est due à l'action bactérienne qui se manifeste par l'oxydation des minéraux sulfurés présents dans l'échantillon comme la pyrite tandis que l'augmentation du pH peut être expliquée par la dissolution de quelques minéraux présents dans la gangue (principalement les minéraux silicatés : Albite et Muscovite).

- **Potentiel d'oxydoréduction**

La figure (B) illustre l'évolution du potentiel d'oxydoréduction des deux souches bactériennes en fonction du temps.

Il ressort de cette figure principalement 2 différentes parties. La première partie (3 premiers jours) se caractérise par une augmentation du potentiel d'oxydoréduction, la souche de rejet de flottation passe d'un Eh initial de 621,3 mV à 430,4mV. Concernant la deuxième souche ayant initialement une valeur de Eh de 621.3mV, nous observons une augmentation jusqu'à atteindre une valeur de 628mV. La deuxième partie se désigne par une diminution du potentiel d'oxydoréduction où le Eh diminue avec une grande vitesse atteignant un pic de 623,4mV pour la souche de flottation et de 624,4 mV pour la souche de gravimétrie au quatrième jour.

La première phase d'augmentation du potentiel d'oxydoréduction au début, est traduite par une croissance exponentielle des bactéries. La phase de diminution quant à elle est attribuée au phénomène de lixiviation chimique par le biais des ions ferriques présents dans les souches bactériennes initialement.

Après les 5 jours d'isolement, nous pouvons confirmer que les bactéries indigènes ainsi que exogènes s'étaient adaptées au milieu et avaient débuté une phase de croissance (diminution du pH, augmentation du potentiel redox ainsi que la densité optique).

- **Densité optique :**

La figure C montre l'évolution de la croissance bactérienne pour les rejets de flottation de Sidi Kamber et les rejets de gravimétrie de Sidi Kamber. La courbe correspond à l'allure de croissance bactérienne. On remarque une augmentation faible au 2ème jour qui correspond à la phase de latence pendant laquelle les bactéries s'adaptent à leur milieu de culture ensuite une augmentation très rapide qui atteint les valeurs de 20 mg/L pour les rejets de flottation et 18 mg/L pour les rejets de gravimétrie.

## 2. Résultats des essais de biolixiviation

Après la confirmation de l'adaptation des bactéries aux milieux, nous avons commencé les essais de biolixiviation en variant les trois paramètres suivants :

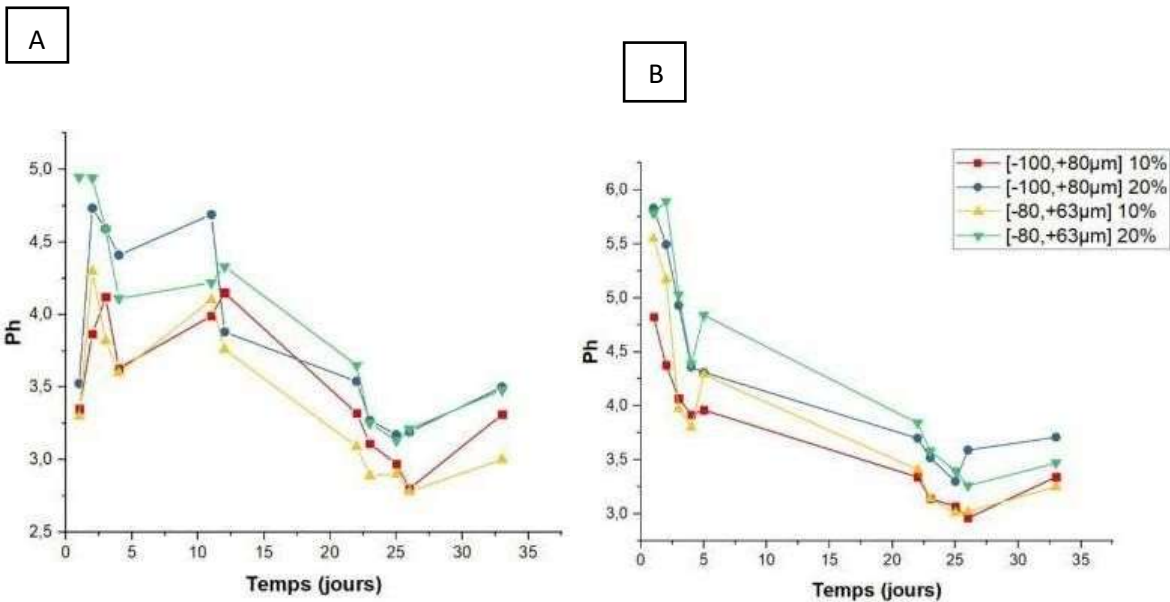
- La granulométrie, en choisissant deux classes granulométriques : [-80 ; 63 $\mu$ m] et [-100 ; 80 $\mu$ m].
- La densité de la pulpe en variant le rapport liquide/solide : 10% et 20%.
- Le mode d'agitation : dynamique et statique.

L'expérience a été suivie pendant 33 jours en mesurant quotidiennement le pH, Eh, la densité optique, la concentration du fer ferreux ainsi que l'oxygène dissout.

Ce suivi est représenté par les graphes suivants :

### 2.1. Essais statiques

- Potentiel d'hydrogène



**Figure 55** : Évolution de la valeur du pH en fonction du temps pour la biolixiviation en essais statiques (A: indigènes. B: exogènes.)

La figure 52 représente l'évolution du pH en fonction du temps durant les trente-trois jours d'expérimentation pour des essais statiques avec une variation de la granulométrie et du rapport liquide/solide pour des bactéries indigènes et exogènes.

Pour les bactéries indigènes, leur pH est relativement bas. Pour les essais dont les fractions granulométriques sont de [-80 ; 63 $\mu$ m], [-100 ; 80 $\mu$ m] avec un rapport liquide/solide est de 10% ils démarrent d'un pH de 3,29 et de 3,34 respectivement tandis que ceux dont le rapport liquide/solide est de 20% ils débutent avec un pH de 4,94 (assez élevé) et 3,52 respectivement. Nous remarquons durant les dix premiers jours une fluctuation de la valeur du pH (hausse-baisse ensuite hausse) suivi d'une baisse durant les vingt jours qui suivent pour finir avec une hausse du 25<sup>ème</sup> au 33<sup>ème</sup> jour avec des valeurs de 3,31 et 3,5 pour la fraction de [-100 ;80 $\mu$ m] de 10 et 20% de rapport L/S respectivement et de 3 et 3,48 pour la fraction [-80 ;63 $\mu$ m] de 10 et 20% respectivement.

Concernant les bactéries exogènes, elles sont caractérisées par un pH de 4,82 et de 5,83 pour la fraction [-100; 80 $\mu$ m] de 10 et 20% de rapport L/S. Concernant la fraction [-80 ; 63 $\mu$ m], son pH débute avec une valeur de 5.54 et 5.78 pour 10 et 20% de L/S respectivement. Nous constatons ensuite, une forte baisse pendant les cinq premiers jours suivie d'une baisse graduelle durant les 20 jours qui suivent pour augmenter au bout du 25<sup>ème</sup> jour jusqu'au 33<sup>ème</sup> jour pour atteindre des valeurs de 3,27 et 3,47 pour les essais de [-100 ;80 $\mu$ m] 10 et 20% de L/S et 3,34 et 3,71 pour les essais de [-80 ;63 $\mu$ m] 10 et 20% de L/S respectivement.

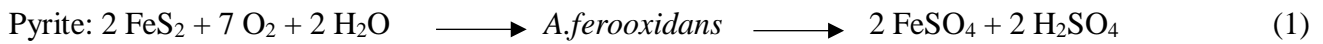
L'augmentation du pH en début d'expérience est due essentiellement à la dissolution de quelques minéraux de gangue présents dans les échantillons, principalement les minéraux carbonatés, qui se caractérisent par la consommation d'acide. Par contre cette augmentation en fin d'expérience est due à un appauvrissement du milieu nutritif servant à la croissance bactérienne. Or, la diminution du pH est liée 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 augmente l'acidité du milieu.

Du point de vue chimique, la réaction suivante ont eu lieu au cours des expériences. Lors de la lixiviation directe, l'échantillon contenant les sulfures des métaux en question a réagi avec l'acide sulfurique (ou l'eau) en présence d'oxygène pour former des sulfates métalliques.

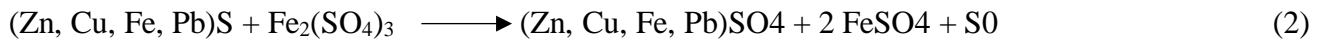
Les métaux sulfatés sont facilement solubles et peuvent être ensuite séparés de la phase liquide.

Les bactéries mésophiles acidophiles *A. ferrooxidans* ont participé à ces réactions :

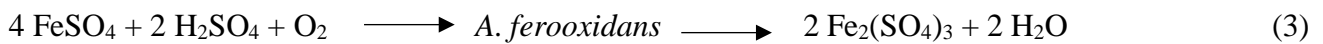




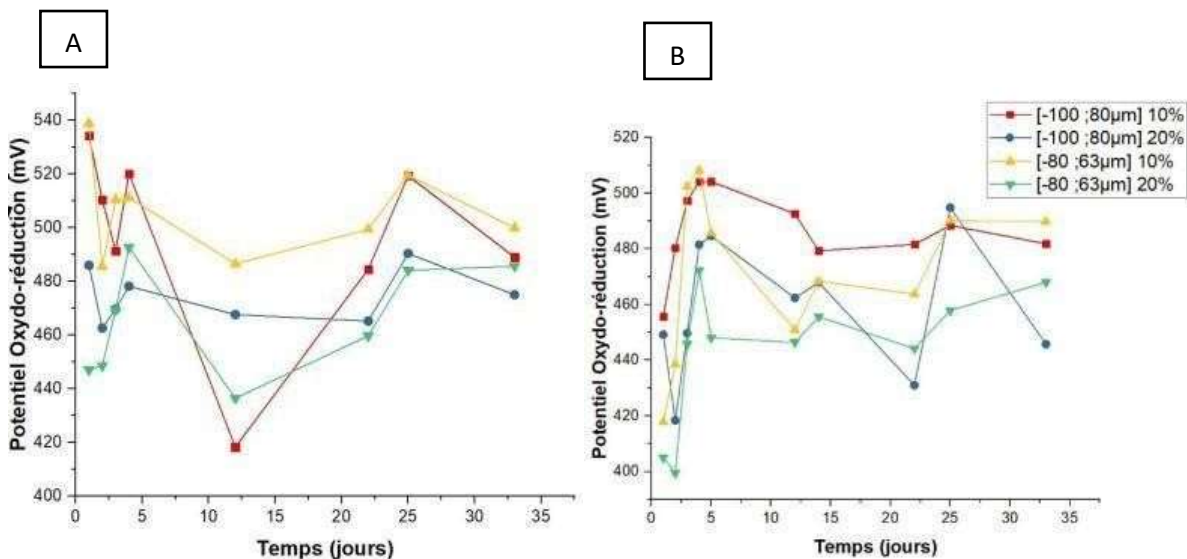
En même temps, en raison de la lixiviation indirecte, les minerais sulfurés d'un métal donné s'oxydent avec du sulfate ferrique, qui est décrit par l'équation



Le sulfate ferreux résultant a ensuite été oxydé en présence d'acide sulfurique et de micro-organismes en sulfate ferrique, qui entre à nouveau dans la réaction :



- **Potentiel d'oxydo-réduction**



**Figure 56** : Évolution de la valeur du potentiel d'oxydo-réduction en fonction du temps pour la biolixiviation en essais statiques ( **A**: indigènes. **B**: exogènes)

La figure 53 représente l'évolution du potentiel oxydo-réducteur en fonction du temps durant les trente-trois jours d'expérimentation pour des essais statiques avec une variation de la granulométrie et du rapport liquide/solide pour des bactéries indigènes et exogènes.

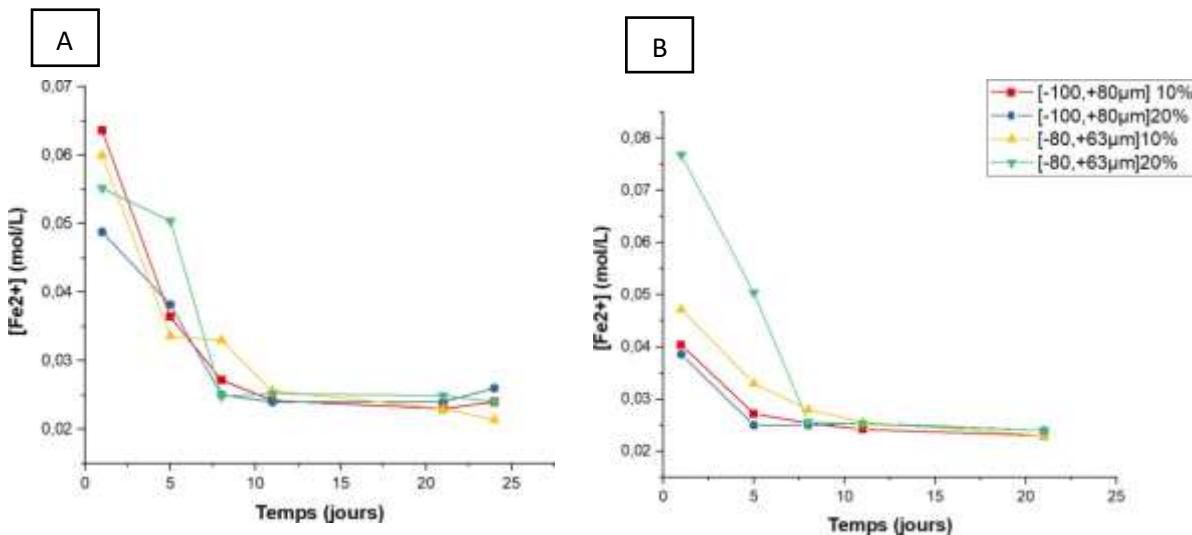
De prime abord, nous remarquons une fluctuation du potentiel oxydo-réducteur durant les cinq premiers jours pour les quatre échantillons indigènes (Baisse puis hausse du Eh). Cette fluctuation est suivie d'une baisse de Eh durant les dix-sept jours qui suivent pour les deux échantillons de la fraction granulométrique [-100 ; +80 µm] puis d'une hausse jusqu'au 26eme jour tandis que les essais de [-80 ; +63µm] connaissent une baisse pendant sept jours puis une hausse du 12eme au 26eme jour pour les deux essais. Enfin on constate une légère augmentation de Eh à partir du 26eme jour pour les deux

échantillons dont le rapport L/S est de 20% et une diminution pour ceux dont le rapport L/S est de 10%.

Concernant les graphes des essais avec des bactéries exogènes, on remarque une fluctuation des valeurs du potentiel Red/Ox. On constate aussi durant les cinq premiers jours une baisse de Eh pour les deux échantillons dont le rapport L/S est de 20% et une hausse pour ceux de 10% suivi d'une diminution de Eh jusqu'au 13eme jour pour tous les essais exogènes. A partir de là, le potentiel Red/Ox reste plus ou moins stable pour l'échantillon de granulométrie [-100 ; +80 $\mu$ m] et dont L/S=10% autour d'une valeur de 280. Les essais dont la granulométrie est de [-80 ; +63 $\mu$ m] connaissent une légère baisse jusqu'au 23eme jour puis augmentent pour rester stable jusqu'à la fin de l'essai (250 pour celui dont le L/S=20% et 290 pour celui dont il est de 10%). Le dernier essai quant à lui connaît de nombreuses fluctuations dont une forte baisse entre le 13eme et le 23eme jour suivi d'une forte hausse du 23eme au 27eme jour puis d'une légère diminution jusqu'au dernier jour pour atteindre un Eh de 265.

La diminution du potentiel d'oxydoréduction est due probablement à l'oxydation chimique du minéral par les ions ferriques présents dans l'inoculum de départ, et l'augmentation qui s'en suit correspondrait éventuellement à une phase exponentielle de croissance bactérienne.

- **Concentration de fer ferreux**



**Figure 57** : Évolution de la concentration du fer ferreux en fonction du temps pour la biolixiviation en essais statiques (**A**: indigènes. **B**: statiques exogènes)

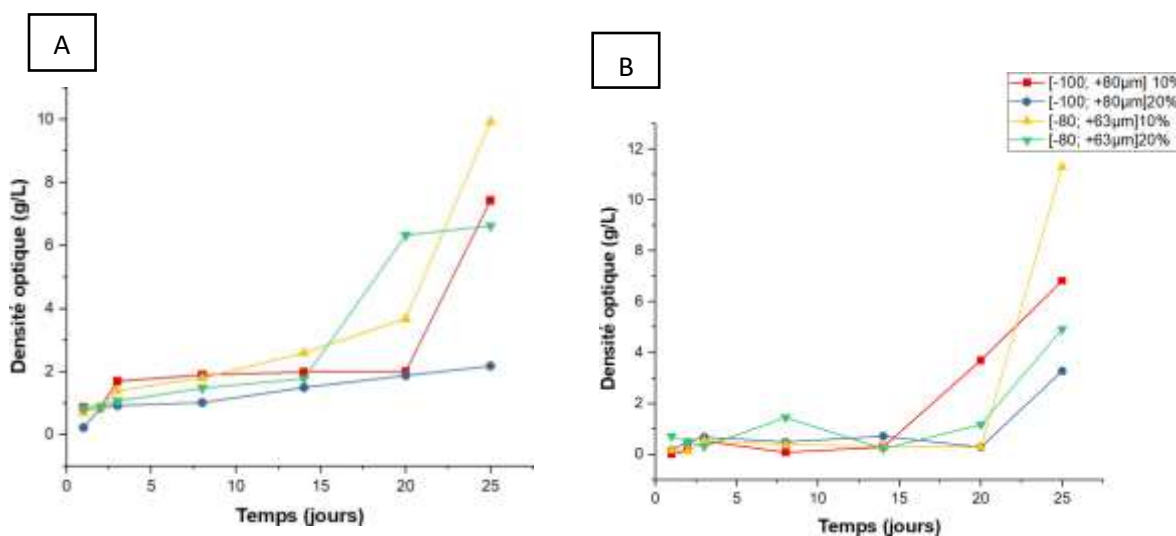
La figure 54 montre la variation de la concentration de fer ferreux en fonction du temps au cours de l'essai de biolixiviation pour des essais statiques indigènes et exogènes.

Pour les deux essais on remarque une diminution de la concentration du  $Fe^{2+}$  dans les échantillons tout au long de l'essai .on constate une forte et rapide diminution au cours des 8 premiers jours atteignant une valeur minimale de 0,2552 mol/L pour les bactéries indigènes et 0,0254 mol/L pour les bactéries exogènes de même classe granulométrique et même rapport liquide/solide ([-100 ; 80 $\mu$ m] 20%).

Ensuite on constate une diminution moins rapide pour le reste des jours de l'essai ; qui atteint une valeur minimum de 0,02 mol/L pour les bactéries indigènes et 0,023 mol/L pour les bactéries exogènes de même classe granulométrique et de même rapport liquide/solide ([-80 ; 63 $\mu$ m] 10%).

Nous concluons que les bactéries indigènes et exogènes oxydent le fer ferreux en fer ferrique dans le milieu de culture acide pour assurer leur croissance ce qui explique l'épuisement de fer ferreux du milieu et la baisse du pH du milieu.

- **Densité optique**



**Figure 58** : Croissance bactérienne en fonction du temps pour la biolixiviation en essais statiques

(A: indigènes. B: exogènes)

La figure 55 montre la variation de la densité optique en fonction du temps au cours de l'essai de biolixiviation pour des essais statiques indigènes et exogènes pour deux fractions granulométriques [-100 ; +80 $\mu$ m] et [-80 ; +63 $\mu$ m] et deux rapports liquide/Solide différents (10% et 20%).

On constate à partir des graphes que pour les bactéries indigènes ainsi que exogènes la densité optique augmente avec le temps. Durant les 15 premiers jours, on remarque une augmentation faible à très faible de la DO suivie d'une augmentation rapide et forte pour les essais indigènes avec une granulométrie de [-80 ; +63 $\mu$ m] jusqu'à atteindre 7,5 et 6,4 g/L pour un rapport liquide solide de 20 et 10% respectivement. Par contre, une très faible augmentation est remarquée pour une granulométrie de [-100 ; +80 $\mu$ m] et un rapport L/S de 20% ainsi qu'une stabilité pour l'échantillon de même granulométrie et de rapport L/S de 10%.

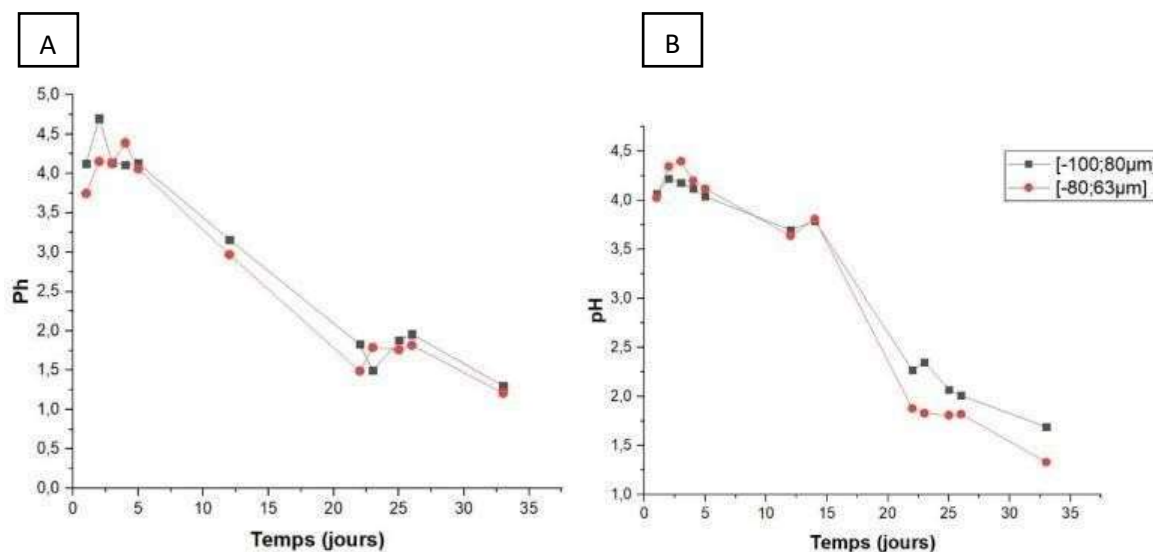
Concernant les bactéries exogènes, on remarque durant les dix premiers jours une fluctuation faible des valeurs du DO pour les quatre échantillons suivie d'une augmentation de valeur assez faible pour l'échantillon [-80 ; +63 $\mu$ m] avec L/S= 10% atteignant 3g/L au 25eme jour et une augmentation assez forte pour les échantillons [-80 ; +63 $\mu$ m] avec L/S=20% et [-100 ; +80 $\mu$ m] avec L/S=20% atteignant au bout des 25 jours des valeurs de 7,6 et 6,5g/L respectivement.

Cette augmentation avec le temps est justifiée par des valeurs de pH qui ne cessent de diminuer pour chacun des échantillons.

Les résultats obtenus représentent la croissance bactérienne, tel que l'augmentation correspond à la phase de croissance exponentielle et la stabilité au début, peut-être expliquée par l'adaptation de la bactérie au milieu de culture (phase de latence)

## 2.2. Essais dynamiques :

- Potentiel d'hydrogène



**Figure 59** : Évolution de la valeur du pH en fonction du temps pour la biolixiviation en essais statiques (**A**: indigènes **B**: exogènes)

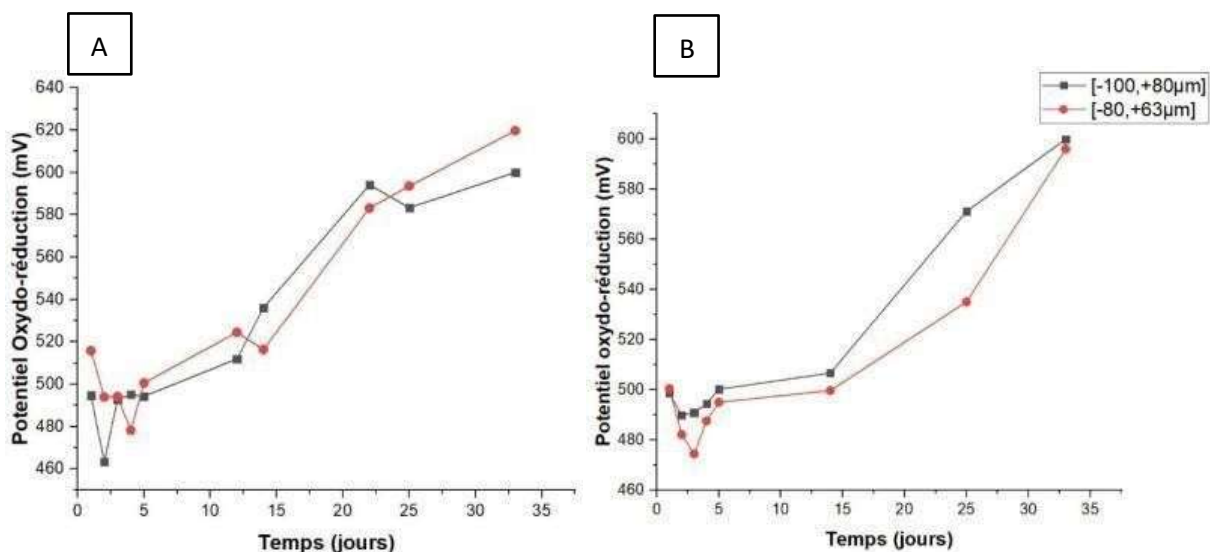
La figure 56 illustre l'évolution du potentiel d'hydrogène en fonction du temps pour les essais de biolixiviation dynamiques avec des bactéries indigènes et exogènes.

On remarque une augmentation du pH au bout de 4eme jour pour les bactéries indigènes de classe granulométriques [-100;80µm] et au bout de 8eme jours pour les bactéries indigènes de classe granulométriques[-80;63µm] de valeur 4,13 et 4,06 respectivement .ensuite un diminution importante du pH jusqu'au 33eme jours de l'essai qui atteint 1,3 pour les bactéries indigènes de classe granulométriques [-100;80µm] et 1,21 pour les bactéries indigènes de classe granulométriques[-80;63µm].

Concernant les bactéries exogènes représentent la même allure que les bactéries indigènes ; une augmentation du pH a été observé pour les deux classes granulométriques au bout de 4eme jour qui atteint la valeur de 4,12 et 4,2 respectivement, puis une baisse importante de valeurs du pH pour les autres jours de l'essai qui atteint la valeur de 1,69 pour la classe granulométrique [-100 ; 80µm] et 1,33 pour la classe granulométrique [-80 ; 63µm].

L'augmentation du pH est expliquée par le fait de dissolution des minéraux silicatés et les carbonates présents dans la gangue qui ont le rôle de neutralisation du milieu. Tandis que la diminution de cette dernière est due de l'oxydation de fer ferreux par les bactéries et la production de l'acide sulfurique.

- **Potentiel d'oxydo-réduction**



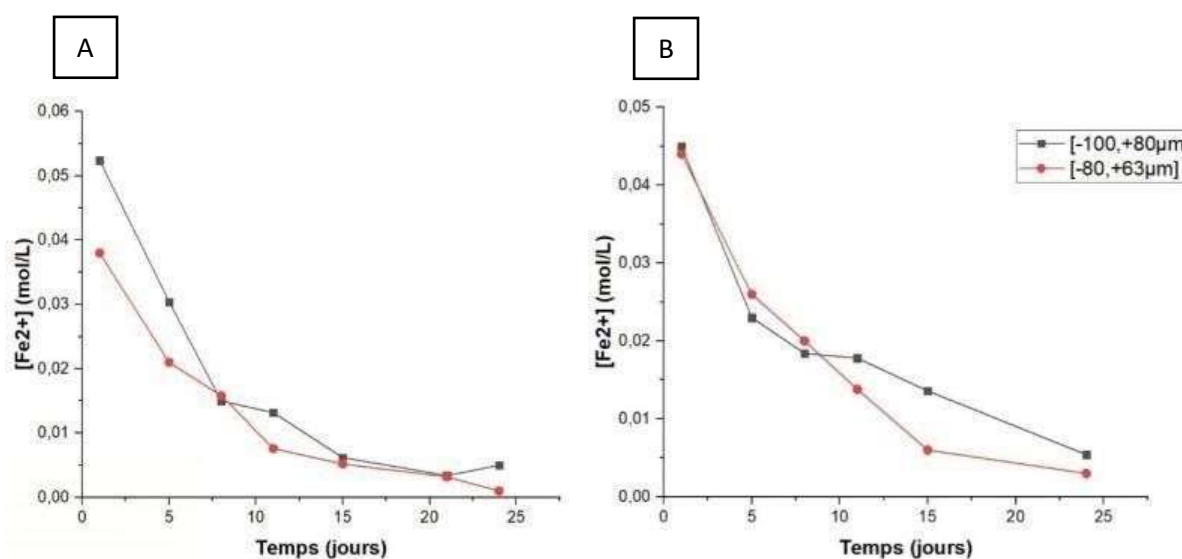
**Figure 60** : Évolution de la valeur du potentiel d'oxydo-réduction en fonction de temps pour la biolixiviation en essais statiques (**A**: indigènes **B**: exogènes)

La figure 57 illustre l'évolution du potentiel d'oxydo-réduction en fonction du temps pour l'essai de biolixiviation des bactéries indigènes et exogènes.

Après une légère diminution du potentiel d'oxydo-réduction qui est due à l'oxydation chimique du minéral par les ions ferriques présents dans l'inoculum de départ, il s'en suit une augmentation du potentiel qui correspondrait à une phase exponentielle des bactéries. On note aussi que l'évolution du Eh évolue inversement proportionnel avec le pH (quand le pH augmente le Eh diminue).

On remarque que le Eh baisse dans les 4 premiers jours pour les deux essais qui atteint 495,1mV ; 478,2 mV ; 494,4 mV et 487,6mV pour les bactéries indigènes et exogènes de classes granulométriques [-100 ; 80µm], [-80 ; 63µm] respectivement. Cette diminution est suivie d'une augmentation de la valeur du Eh tout au long de la période de la biolixiviation au bout de 33eme jours nous enregistrons 600,1mV ; 619,8mV ; 600mV et 596,1mV pour les bactéries indigènes et exogènes de classes granulométriques [-100 ; 80µm] ; [-80 ; 63µm] respectivement.

- **Concentration de fer ferreux**



**Figure 61** : Évolution de la concentration de fer ferreux en fonction du temps pour la biolixiviation en essais dynamiques (**A**: indigènes **B**: exogènes)

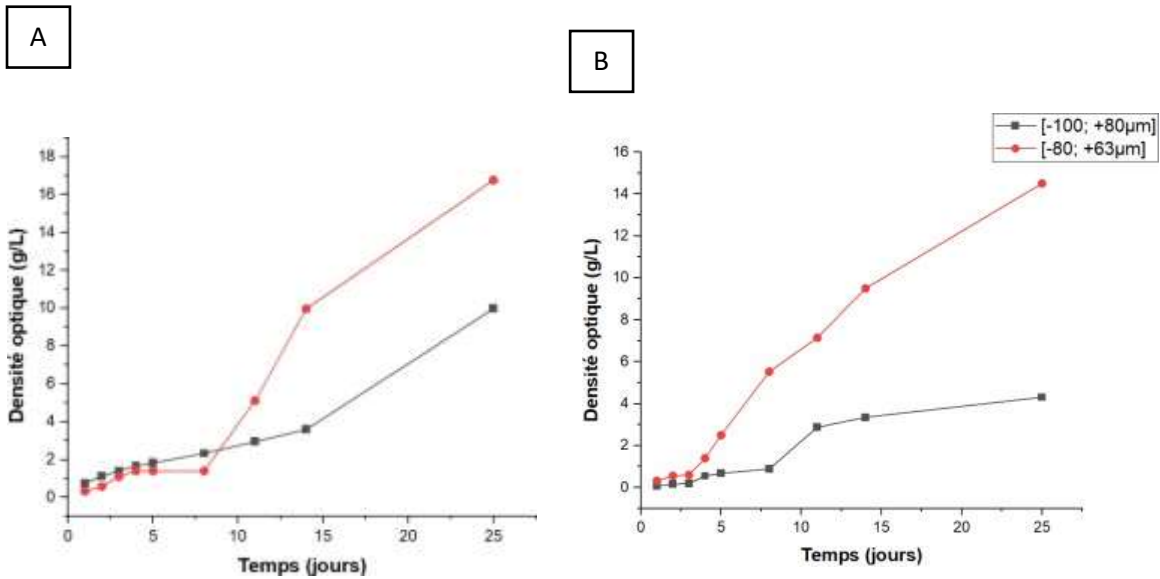
La figure 58 développe l'évolution de la concentration de fer ferreux en fonction du temps pour la biolixiviation dynamique par des bactéries indigènes et exogènes.

Les deux essais montrent une diminution de concentration en Fe<sup>2+</sup> au sein de milieu de culture pendant tous les 33 jours de l'essai. Au début de la biolixiviation nous avons enregistré une concentration de 0,0524 mol/L et 0,038 mol/L pour les bactéries indigènes de classe granulométriques [-100 ; 80µm] et [-80 ; 63µm] respectivement et des concentrations de 0,045 mol/L et 0,044 mol/L pour les bactéries exogènes de classe granulométriques [-100 ; 80µm] et [-80 ; 63µm] respectivement.

Ces valeurs des deux essais convergent vers des valeurs minimales de 0,005 mol/L, 0,001 mol/L pour les bactéries indigènes et exogènes de classes granulométriques [-100 ; 80µm] ; [-80 ; 63µm] respectivement et 0,00542 mol/L et 0,003 mol/L exogènes de classes granulométriques [-100 ; 80µm] ; [-80 ; 63µm] respectivement.

La diminution de la concentration du fer ferreux dans le milieu de culture est liée à l'activité bactérienne, car les bactéries veillent à oxyder le fer ferreux en fer ferrique tout en assurant leur croissance, cette activité s'accompagne d'une génération d'acide sulfurique, ce qui explique la baisse du pH du milieu et l'augmentation du Eh.

- **Densité optique**



**Figure 62** : Croissance bactérienne en fonction du temps pour la biolixiviation en essais dynamiques (A: indigènes. B: exogènes.)

La figure 59 montre la croissance bactérienne en fonction du temps pour la biolixiviation en essais dynamiques indigènes et exogènes avec différentes classes granulométriques.

On remarque que l'allure générale correspond à l'allure de croissance bactérienne.

Pour les bactéries indigènes, on observe une augmentation très faible durant les 8 premiers jours atteignant une valeur de 2,32g/L et 1,4g/L pour les classes granulométriques [-100 ; 80µm] et [-80 ; 63µm] respectivement. Celle-ci est suivie d'une importante hausse pour la classe granulométriques [-100 ; 80µm] durant tous les jours restants de l'essai arrivant à la valeur de 16,77g/L au dernier jour ; tandis que pour la classe granulométrique [-80 ; 63µm] on a une augmentation rapide jusqu'au 15eme jour (9,968g/L) puis l'augmentation devient moins importante (9,972g/L) à la fin de l'essai.

Pour les bactéries exogènes, on constate une faible hausse durant les 5 premiers jours suivie d'une augmentation efficace qui atteint 4,31g/L et 14,5g/L pour les classes granulométriques [-100 ; 80µm] et [-80 ; 63µm] respectivement à la fin de l'essai.



- **Oxygène dissout**

**Tableau 20** : Évolution de l’oxygène dissout en fonction du temps pour la biolixiviation en mode statique pour des bactéries indigènes

Jour	Oxygène dissout de bactéries indigènes ( mg / L )			
	[-100;80µm]	[-100;80µm]	[-80;63µm]	[-80;63µm]
	10%	20%	10%	20%
1	0.98	0.44	2.56	2.25
2	2,21	0.75	1.02	0.05
3	2.67	0.25	1.02	0.34
4	3.64	3.18	2.3	1.05
5	2.15	1.02	2.13	1.01
8	2.98	1.55	2.43	1.29
11	1.87	1.61	3	1.15
15	1.67	1.99	1.4	2.91
26	3.04	2.22	3.63	1.95
33	2.93	1.42	3.96	1.31

**Tableau 21** : Évolution de l’oxygène dissout en fonction du temps pour la biolixiviation en mode statique pour des bactéries exogènes

Jour	Oxygènes dissouts des bactéries exogènes (mg / L)			
	[-100;80µm]	[-100;80µm]	[-80;63µm]	[-80;63µm]
	10%	20%	10%	20%
1	0,47	0,27	2,09	0,17
2	0,77	0,45	1,85	0,17
4	2,44	0,05	0,99	0,15
5	2,1	1,43	1,83	0,46
8	2,54	0,25	0,46	0,15
11	2,16	1,3	1,1	0,43
15	0,97	1,75	3,83	0,49
26	4,14	2,09	3,49	1,49
33	3,01	2,97	3,65	1,81

**Tableau 22** : Évolution de l’oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode dynamique.

Jour	Oxygène dissous des bactéries indigènes (mg / L)		Oxygène dissous des bactéries exogènes (mg / L)	
	[-100 ; 80µm]	[-80 ; 63µm]	[-100 ; 80µm]	[-80 ; 63µm]
1	0,29	0,31	1,28	1,22
2	1,1	0,72	3,62	0,87
3	0,38	5,48	3,72	1,78
4	1,34	0,62	0,93	4,81
5	0,36	0,4	1,76	5,94
8	3,66	3,57	1,39	3,98
11	3,9	1,86	3,18	4,36
15	4,73	2,02	1,31	3,31
26	6,5	3,2	2,17	1,55
33	5,83	5,03	6,44	5,04

Les tableaux développent l’évolution de l’oxygène dissout en fonction du temps pour la biolixiviation en mode statique et dynamique pour différentes classes granulométriques et rapport liquide/solide.

Les variations de l’oxygène dissous dans le milieu est un indice de l’activité bactérienne et d’oxydation de la matière organique, car l’oxygène est un élément indispensable pour la croissance bactérienne pour les bactéries qui croient en mode respiratoire aérobie tel que l’*Acidithiobacillus Ferroxidans*. L’oxydation de fer ferreux par les bactéries aérobies nécessite une concentration élevée d’oxygène dans le milieu ce qui explique la diminution de la quantité de fer ferreux et ainsi l’augmentation de la densité optique du milieu.

Nous remarquons une augmentation de la densité optique du milieu dans les deux essais statiques et dynamiques celle-ci atteint des valeurs autour de 5,5(mg/L) pour les essais dynamiques et autour de 2,5 pour les essais statiques.

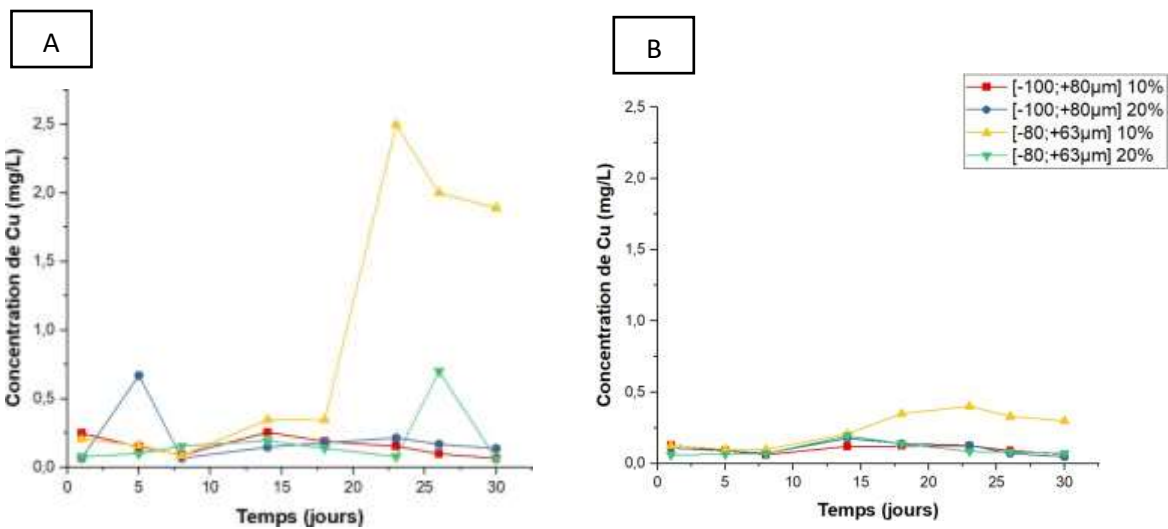
### 3. Caractérisation post-traitement

#### 3.1. Résultats de l'analyse chimique par spectrométrie d'absorption atomique (SAA)

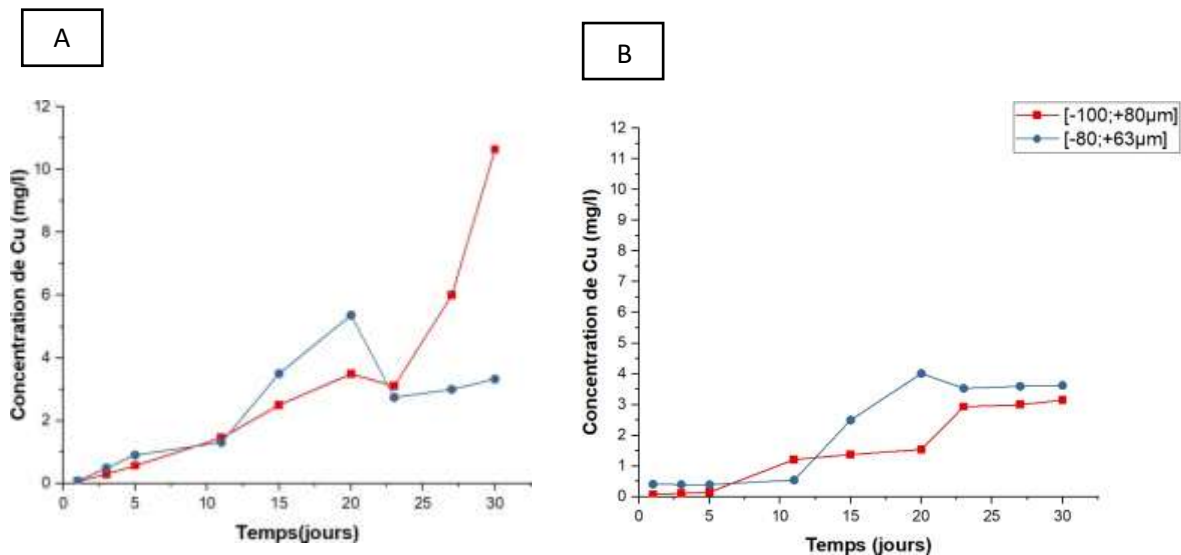
Après avoir effectué l'extraction des métaux à différents stades de la biolixiviation, ces échantillons ont été analysés via la SAA au niveau de cabinet d'expertise UNIVERSAL LAB afin de détecter les concentrations de Cuivre, Fer, Zinc ainsi que du Plomb.

Ces concentrations sont représentées sous formes des graphes suivants :

##### ➤ Cuivre



**Figure 63** : Les variations de la concentration du cuivre en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique avec des bactéries (**A**: indigènes **B**: exogènes).



**Figure 64** : Les variations de la concentration du cuivre en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode dynamique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes).

Les figures montrent l'évolution de la concentration de cuivre en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique et dynamique avec des bactéries indigènes et exogènes en variant la classe granulométrique et la densité de la pulpe.

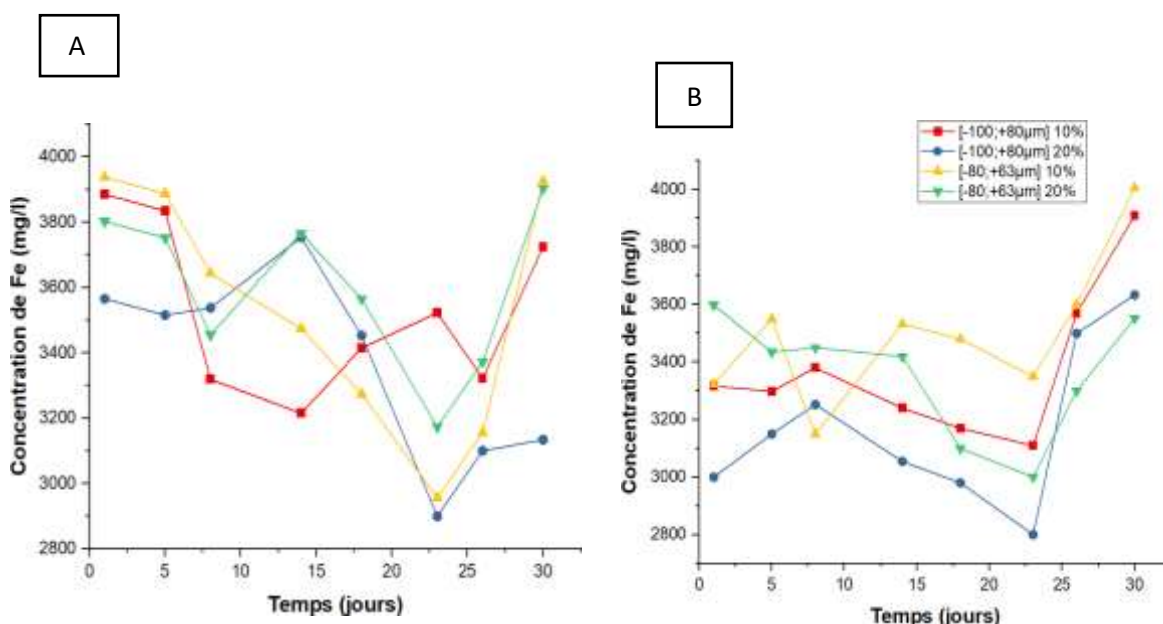
En mode statique en utilisant les bactéries indigènes, on remarque que l'essai de classe granulométrique [-80 ; +63µm] avec une densité de pulpe de 10% est le seul pour lequel on observe une augmentation de la concentration du cuivre à partir du 17ème jour pour atteindre une valeur maximale de 2,4 mg/l au 23ème jour. Par conséquent de très faibles variations se remarquent pour le restant des essais. Concernant l'essai statique avec des bactéries exogènes, une très faible variation de concentration de cuivre a été remarquée avec une valeur maximale de 0,4mg/L pour l'essai [-80 ; +63µm] avec une densité de pulpe de 10% au 17ème jour.

Dana Rouchalova et al ont expliqué cela par le fait que dans certains cas, le sulfure cuivreux-ferreux a montré une plus grande résistance à la dissolution et une cinétique insuffisante des réactions chimiques a été démontrée pendant le processus. Ce phénomène pourrait être évité par une température plus élevée (utilisation de bactéries thermophiles) ou en prolongeant le temps d'exposition du biomilieu et de l'échantillon.

En analysant les courbes de l'essai dynamiques, nous constatons que la concentration de cuivre est en continuelle augmentation pour les bactéries indigènes [-100 ; +80µm] preuve de sa libération de la chalcopirite jusqu'à atteindre une valeur de 12 mg/L à la fin de l'essai. Cette augmentation est également remarquée pour [-80 ; +63µm] jusqu'à atteindre une valeur de 6 mg/L au 18ème jour et par la suite diminuer jusqu'au 33ème jour. Tandis que l'essai avec les bactéries exogènes

a donné une concentration de cuivre en augmentation graduelle durant toute la durée de l'essai jusqu'à atteindre 4 mg/L et 3,2 mg/L pour les classes granulométriques [-80 ; +63 $\mu$ m] et [-100 ; +80 $\mu$ m] respectivement. Les essais dynamiques sont donc plus efficaces que les statiques pour la solubilisation du cuivre. Comme expliqué par Dana Rouchalova, l'agitation est un facteur important qui dans le cas de particules assez grosses, accélère le déroulement global du processus de biolixiviation et maintient les grains en suspension. Par conséquent, ils sont facilement accessibles aux colonies multipliées de micro-organismes en solution. Ces études confirment les résultats de nos expériences.

➤ **Fer :**



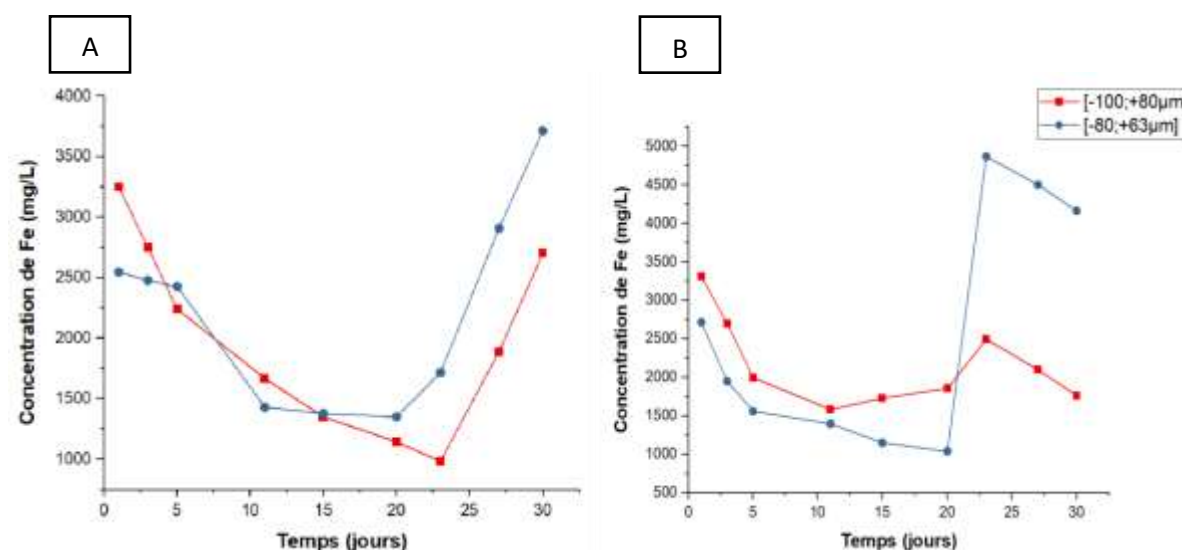
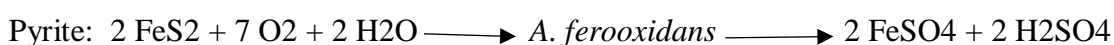
**Figure 65 :** Les variations de la concentration du Fer en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes).

D'après le graphe A, nous remarquons en début de biolixiviation, les huit premiers jours, une diminution de la concentration de Fer pour les échantillons dont la classe granulométrique est [-80 ; +63 $\mu$ m] avec les deux densités de pulpe ainsi que [-100 ; +80 $\mu$ m] avec une densité de pulpe de 10%, en revanche nous constatons une augmentation de Fe pour cette même classe granulométrique dont la densité de la pulpe est de 20%. Entre le huitième et le quinzième jour, une augmentation de la concentration est remarquée pour les deux essais dont la densité de pulpe est de 20% et une diminution pour ceux dont elle est de 10%. Pendant la durée s'étalant du quinzième au vingt-troisième jour, tous les essais sont marqués par une diminution de la concentration de fer en solution à part l'essai dont la classe granulométrique est de [-80 ; +63 $\mu$ m] avec un rapport liquide solide de 10% qui ne cesse

d'augmenter jusqu'au dernier jour suivi au vingt-troisième jour par les autres essais. La concentration la plus élevée de Fer est obtenue pour cet essai là avec une valeur de 3900mg/L.

En revanche, pour les essais statiques avec un consortium de bactéries exogènes, une légère augmentation de [Fe] est remarquée durant les cinq premiers jours suivie d'une diminution jusqu'au 23<sup>ème</sup> jour puis une augmentation de celle-ci pour tous les essais jusqu'à atteindre une valeur maximale de 3900mg/L. Les diminutions de concentration de Fe peuvent être expliqués par l'inhibition significative de la lixiviation du Fe due à la formation de précipités de type Jarosite lorsque le pH dépassait des valeurs de 2.

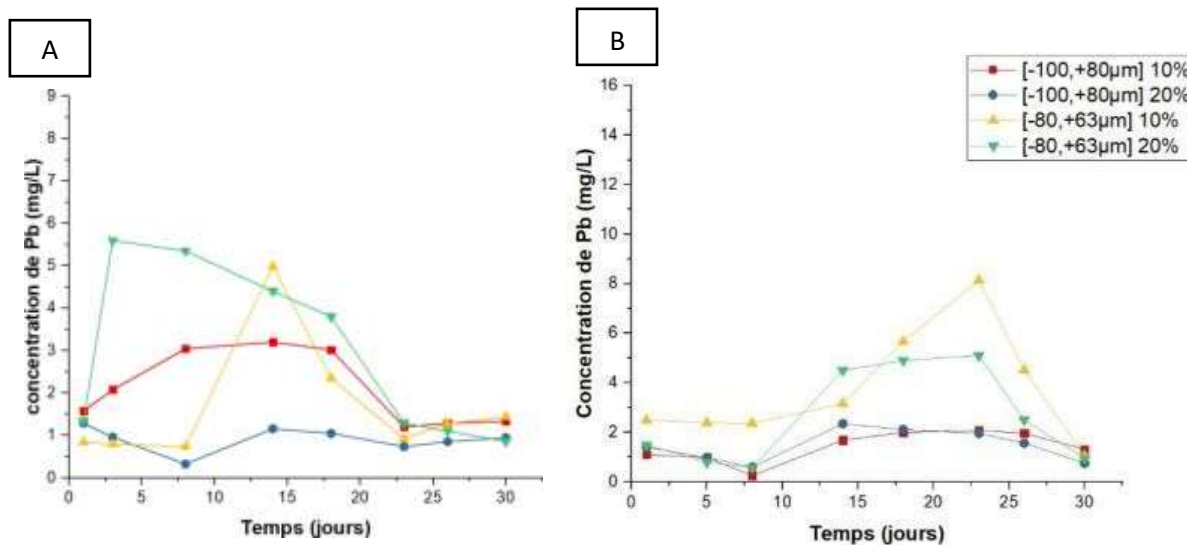
La solubilisation du Fer se fait via l'équation suivante :



**Figure 66 :** Variations de la concentration du Fer en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode dynamique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes).

Concernant les essais dynamiques, nous remarquons une allure très ressemblante entre ceux avec utilisant des bactéries exogènes et indigènes, c'est-à-dire une diminution de la concentration de Fer jusqu'au 23<sup>ème</sup> jour suivie par une forte augmentation pour les deux classes granulométriques en essais statiques, atteignant une concentration de 3700 mg/L pour la classe [-80 ; +63µm] au 29<sup>ème</sup> jour et de 5000 mg/L pour la même fraction granulométrique en essais dynamiques.

## ➤ Plomb



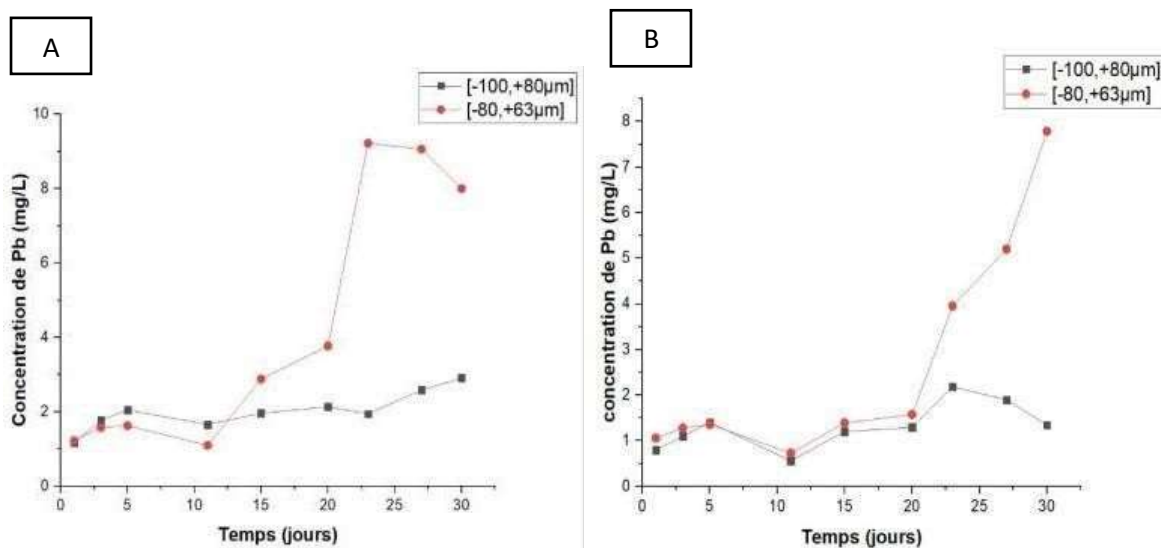
**Figure 67** : Variations de la concentration du Plomb en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes)

Pour les essais statiques avec un consortium de bactéries indigènes, nous remarquons une forte augmentation de la concentration de Pb pour l'essai de classe granulométrique [-80, +63µm] avec une densité de pulpe de 20% pendant les 3 premiers jours ensuite une diminution jusqu'au 23ème jour puis une stabilité jusqu'à la fin de l'essai. L'essai avec la même granulométrie mais une densité de pulpe moins élevée connaît une stabilité durant les 8 premiers jours, un pic atteignant 5,5 mg/L le 14ème jour puis une diminution jusqu'au 24ème jour pour redevenir stable en fin d'essai. Le 3ème essai représenté par la courbe bleue en revanche, connaît une certaine stabilité du début à la fin de la période d'essai avec une concentration de 0,5 mg/L.

Concernant les essais statiques avec des bactéries exogènes, pour la classe granulométrique [-100 ; +80µm], ils connaissent une certaine stabilité avec une concentration variant entre 0 et 2g/L. L'essai dont la granulométrie est de [-80, +63µm] connaît quant à lui une continuelle augmentation avec un pic au 23ème jour atteignant une valeur de 9mg/L de Plomb.

Il a été confirmé dans plusieurs études que, dans le cas de la biolixiviation du Pb, le processus peut être inhibé en raison de la formation de précipités. Dans certaines conditions, les ions sulfates présents dans le milieu peuvent réagir avec les ions Pb divalents pour former du sulfate de plomb, qui se dépose à la surface des particules sous forme insoluble. Si les grains sont fortement

recouverts de ce précipité, l'accès des bactéries est empêché, et l'extractibilité du métal est progressivement ralentie (Rouchalova et al. 2020).

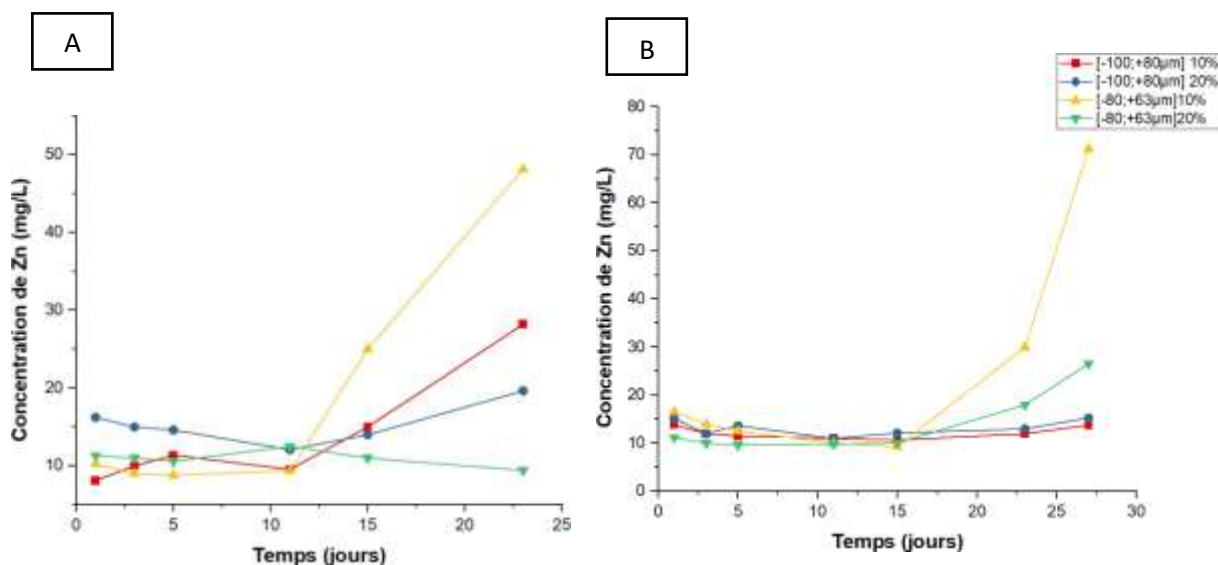


**Figure 68 :** Variations de la concentration du Plomb en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode dynamique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes).

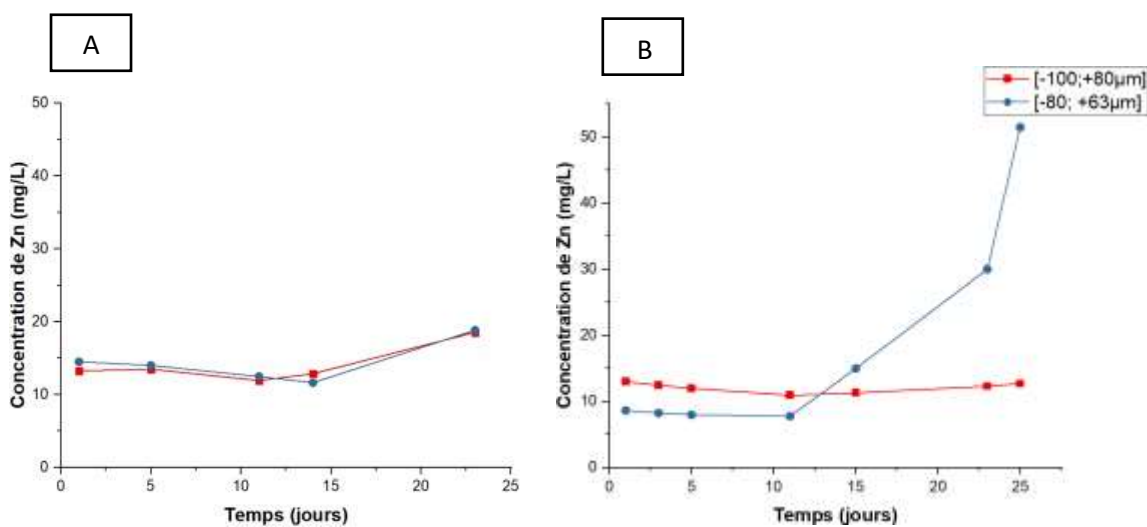
Pour les essais dynamiques, concernant les bactéries indigènes nous remarquons une évolution graduelle de la concentration du plomb pour la granulométrie [-100 ; +80 μm] pour atteindre une valeur de 2.2 mg/L au dernier jour ; par contre pour la classe granulométrique [-80 ; +63 μm] on remarque au 20ème jour une forte augmentation atteignant 10 mg/L puis diminue faiblement jusqu'à 8 mg/L. Pour le graphe B, on constate jusqu'au 20ème jour une certaine stabilité de la concentration du Pb pour les deux classes granulométriques puis une forte augmentation pour la classe [-80 ; +63 μm] jusqu'à atteindre 8 mg/L contrairement à la classe [-100 ; +80 μm] qui diminue légèrement durant la dernière semaine.



➤ **Zinc :**



**Figure 69 :** Variations de la concentration du Zinc en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes).



**Figure 70 :** Variations de la concentration du Zinc en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode dynamique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes).

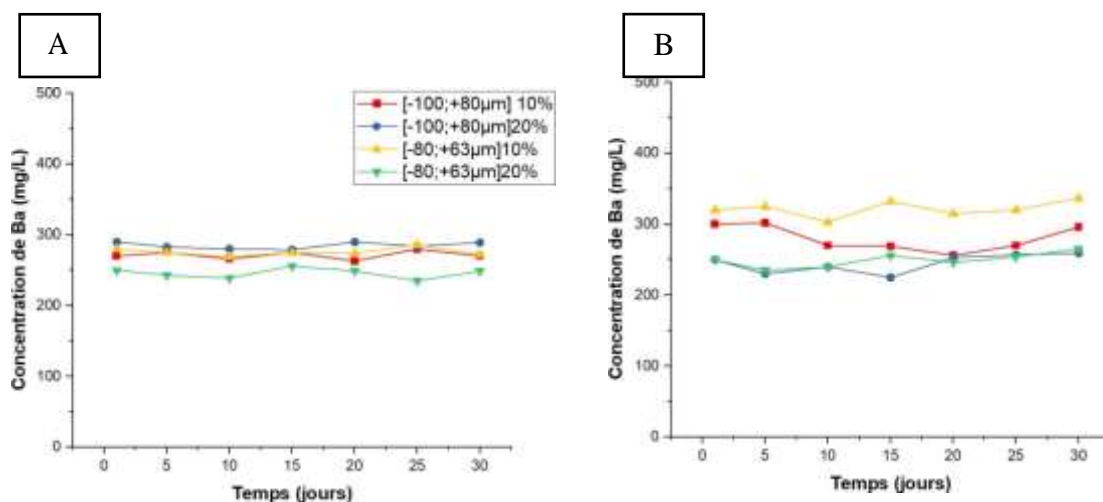
Les figures montrent l'évolution de la concentration du Zinc en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique et dynamique avec des bactéries indigènes et exogènes en variant la classe granulométrique et la densité de la pulpe.

En mode statique en utilisant les bactéries indigènes, on remarque que l'essai de classe granulométrique [-80 ; +63 $\mu$ m] avec une densité de pulpe de 10% est le seul pour lequel on observe une augmentation de la concentration du cuivre à partir du 17eme jour pour atteindre une valeur maximale de 2,4 mg/l au 23eme jour. Par conséquent de très faibles variations se remarquent pour le restant des essais. Concernant l'essai statique avec des bactéries exogènes, une très faible variation de concentration de cuivre a été remarquée avec une valeur maximale de 0,4mg/L pour l'essai [-80 ; +63 $\mu$ m] avec une densité de pulpe de 10% au 17eme jour.

En mode dynamique avec des bactéries indigènes, nous constatons de très faibles variations de la concentration du Zn variant de 13 à 19mg/L pour les quatre essais. En revanche, l'utilisation de bactéries exogènes donne une augmentation remarquable de la concentration de Zn pour la classe granulométrique [-80 ; +63 $\mu$ m] atteignant une valeur de 50mg/L au 25<sup>ème</sup> jour de l'essai.

### 3.2. Analyse par photomètre à flamme

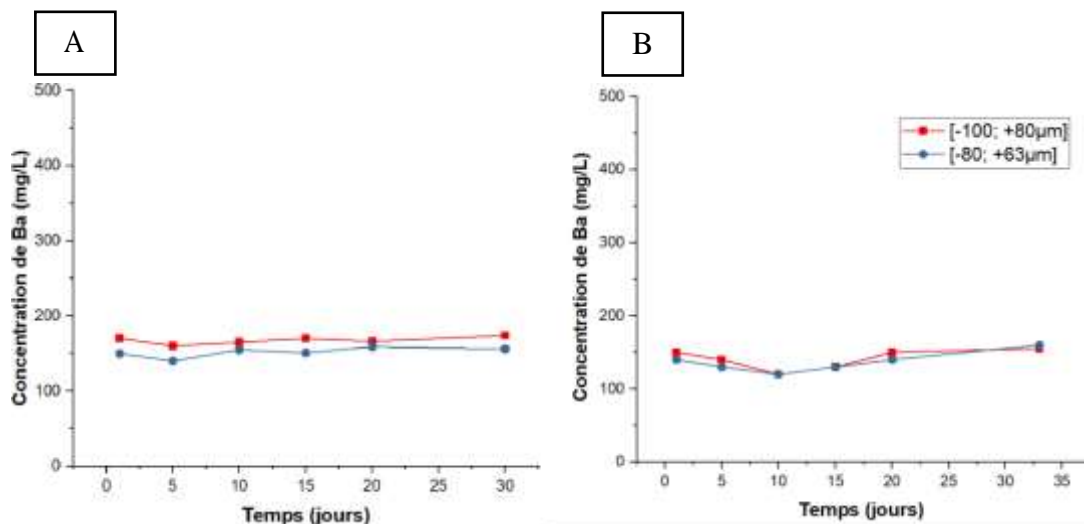
Le suivi de la concentration du Baryum (Ba) dans l'échantillon durant toute la durée de l'expérience se fait via le photomètre à flamme au niveau du laboratoire de génie minier de l'Ecole Nationale Polytechnique.



**Figure 71 :** Variations de la concentration du Baryum en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode statique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes).

D'après les graphiques montrant la variation de la concentration de Ba en fonction du temps, nous constatons une stabilité de la concentration de celui-ci durant toute la durée de l'essai en

système statique avec bactéries indigènes variant entre 250 et 300 mg/L. Pour le système statique avec un consortium de bactéries exogènes, nous constatons de même une certaine stabilité avec une concentration de Ba plus élevée pour l'échantillon avec une granulométrie de  $[-80 ; +63\mu\text{m}]$  et 10% de densité de pulpe atteignant jusqu'à 320mg/L.



**Figure 72** : Variations de la concentration du Baryum en fonction du temps pour les essais de biolixiviation en mode dynamique avec des bactéries (A : indigènes B : exogènes).

Concernant les essais en système dynamique, de même qu'en système statique ont donné lieu à de très faibles variations de la concentration de Ba en solution ce qui montre que le consortium de bactéries n'a pas permis la solubilisation du Baryum.

## Comparaison des résultats de l'étude

### ➤ Par classe granulométrique

En fixant le paramètre de la densité de la pulpe (10/20%), du mode d'agitation (dynamique/statique) ainsi que le type de bactérie (exogène/indigène), on remarque que la classe granulométrique  $[-80 ; 63\mu\text{m}]$  donne au bout de 33 jours de l'expérience le pH le plus faible, le Eh le plus fort, une concentration de fer ferreux la plus faible ainsi que la densité optique la plus élevée par rapport à la classe granulométrique  $[-100 ; 80\mu\text{m}]$ .

Ces résultats sont en effet en accord avec les résultats publiés par Dana Rouchalova, Kamila Rouchalova et al (Rouchalova et al. 2020) dans leur travail sur la biolixiviation du fer, du cuivre, du plomb et du zinc à partir de sédiments miniers en utilisant *Acidithiobacillus ferrooxidans*, puisqu'ils

ont trouvé que la fraction granulométrique la plus efficace était celle entre 71 à 100µm. Il a été démontré que le rétrécissement des particules a un effet négatif sur la structure cellulaire de *A. ferrooxidans* (aussi bien que *L. ferrooxidans*) par l'impact des fines sur les parois bactériennes, qui sont endommagés par le frottement et donc inhibées.

### ➤ **Par densité de la pulpe**

En fixant le paramètre de la classe granulométrique ([-80 ; 63µm] / [-100 ; 80µm]) , du mode d'agitation (dynamique/statique) ainsi que le type de bactérie (exogène/indigène), on constate qu'une densité de pulpe faible (10%) permet d'obtenir à la fin de l'expérience le pH le plus faible, le Eh le plus fort, une concentration de fer ferreux la plus faible ainsi que la densité optique la plus élevée par rapport à une densité de pulpe 20%.

Il a été constaté qu'une fraction en poids plus élevée de la phase solide a un effet négatif sur la quantité totale de bactéries multipliées dans le milieu et entraîne une teneur plus faible en Fe lixivié (diminution de l'activité bactérienne). Ceci était également dû à un moindre accès de l'oxygène aux grains, ce qui a eu un effet négatif sur l'activité correcte des bactéries (Ghassa et al. 2014) ont confirmé l'effet négatif de l'augmentation de la densité de la pâte sur la lixiviation du Zn et ainsi la diminution du pourcentage de dissolution des éléments.

### ➤ **Par mode d'agitation**

En prenant soin de fixer les paramètres de la classe granulométrique ([-80 ; 63µm]/ [-100 ; 80µm]), la densité de la pulpe (10/20%) ainsi que le type de bactérie (exogène/indigène), on observe que les essais dynamiques (avec agitation) assurent une forte diminution du pH par rapport aux essais statiques (sans agitation) entraînant une importante augmentation de la densité optique (signe de forte croissance bactérienne) et ainsi une forte diminution en fer ferreux (oxydés par les bactéries).

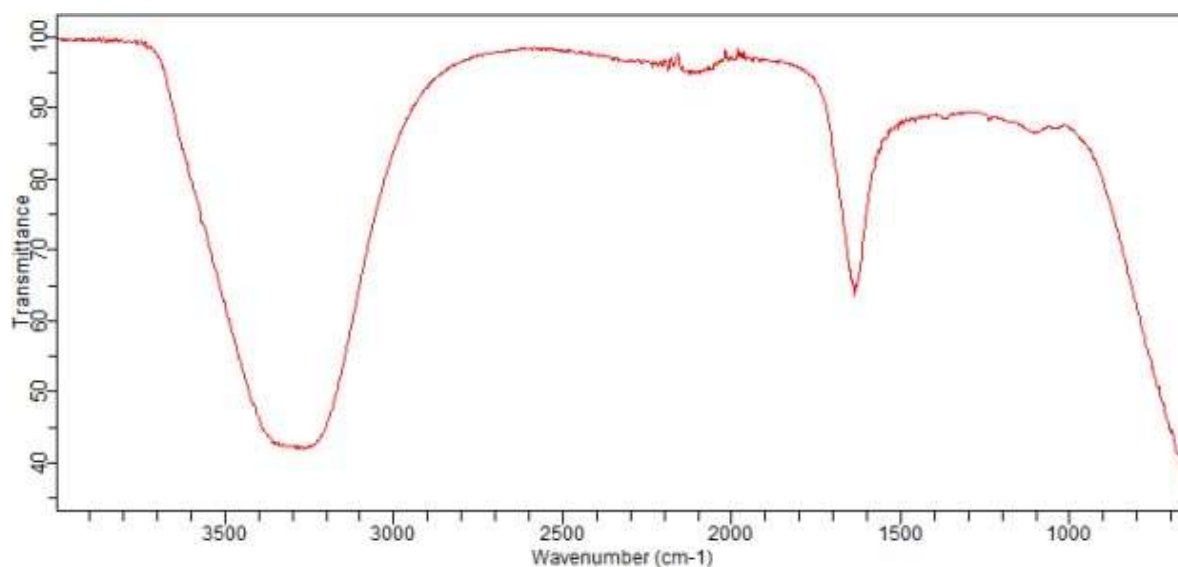
L'agitation est un facteur important qui, dans le cas de grains très fins, favorise l'endommagement des structures cellulaires. Au contraire, dans le cas de particules plus grosses, elle accélère le déroulement global du processus et maintient les grains dans une flottabilité suffisante. Par conséquent, ils sont facilement accessibles aux colonies multipliées de micro-organismes en solution. C'est pour cela qu'il est essentiel de choisir la bonne fraction granulométrique et de la combiner avec une agitation afin d'augmenter l'efficacité de la biolixiviation.

### ➤ Par type de bactéries

Afin de comparer l'influence des types de bactéries sur la biolixiviation du minerai, on a fixé le reste des paramètres (classe granulométrique, la densité de la pulpe, le type de bactérie, mode d'agitation). Nous avons remarqué que les deux types des bactéries donnent des résultats presque similaires, en notant que les bactéries indigènes permettent d'obtenir un pH légèrement plus faible que les bactéries exogènes. Plusieurs articles ont traité la biolixiviation via des consortiums de bactéries indigènes et exogènes mais des résultats contradictoires entre ces derniers ont été remarqués. Le choix de ce paramètre dépend donc du type de minerais que l'on veut traiter.

### 3.3. Analyse par spectrométrie infrarouge (FT-IR)

Après l'expérience de biolixiviation, une analyse au spectromètre infrarouge a été effectuée et le résultat de celle-ci est représenté par le spectre suivant :



**Figure 73** : Spectre infrarouge du tout venant de la mine d'Ichmoul après traitement par biolixiviation.

Après traitement de l'échantillon, nous remarquons l'apparition de nouveaux pics dont le plus intense d'une transmittance de 45 caractérisé par une large bande et un nombre d'onde se situant dans l'intervalle 3200-3400 cm<sup>-1</sup> correspond à une liaison N-H du groupe fonctionnel des amides substitués. En effet, ces résultats montrent clairement que les bactéries secrètent des acides aminés comme matière organique suite à leur métabolisme.

Un autre pic, d'une intensité inférieure au premier pic apparaît ; il est caractérisé par une transmittance de 65 et par un nombre d'onde compris entre 1500 et 1700  $\text{cm}^{-1}$ , ceci correspondant au groupe fonctionnel des Hydroxydes O-H.

### **3.4. Analyse par microscopie électronique à balayage**

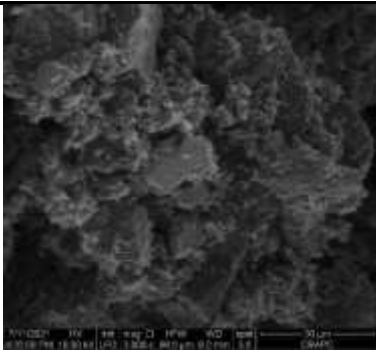
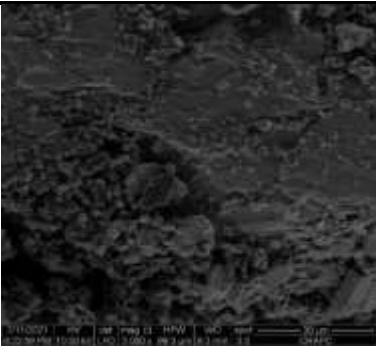
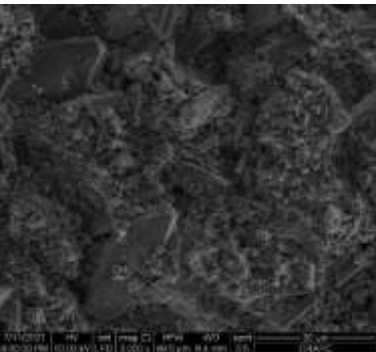
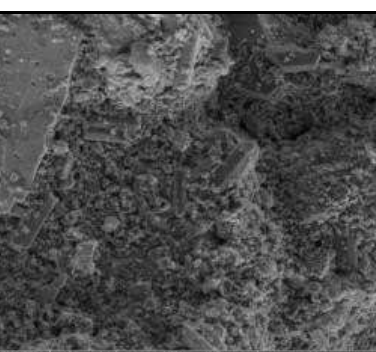
Après traitement du minerai par biolixiviation, une analyse au MEB a été effectuée afin d'observer d'éventuels changements structuraux. Les trois échantillons ayant donné des valeurs de pH les basses ont été sélectionnés (dynamiques) afin d'être analysés et le résultat de celle-ci est représenté par le spectre suivant :

Le rôle des bactéries adhérant sur la surface des grains de sulfures métalliques serait de catalyser l'oxydation des ions ferreux et cette oxydation serait favorisée par la présence des EPS secrétées à la surface des grains et créant ainsi un microenvironnement adéquat. La bactérie serait donc en contact indirect avec le minéral à travers ce microenvironnement. Ce contact serait donc nécessaire et sa contribution au processus global de biolixiviation de ces minéraux sulfurés devrait être mise en évidence. (Nkulu Wa Ngoie 2012)

Les bactéries de types *acidithiobacillus ferrooxidans* sont des bacilles de l'ordre de  $1\mu\text{m}$ , elles ne sont pas visibles sur les images du MEB avec un grossissement de  $50\mu\text{m}$ .

Nous remarquons par contre la déposition d'une substance en grande quantité sur la surface du minerai et particulièrement autour des fissures. Cette substance est présente en grande quantité dans l'échantillon du consortium indigène de granulométrie  $[-80 ; +63\mu\text{m}]$ , ce qui est en adéquation avec les résultats trouvés précédemment. Cela prouve la présence d'activité bactérienne élevée dans cet échantillon, ce qui a donné un meilleur rendement d'extraction.

**Tableau 23:** Résultats de l'analyse au MEB avec observations

Paramètres	Echantillon analysé	Observation au MEB	Constatations
	Tout-venant de la mine d'Ichmoul		Surface du minerais lisse preuve de l'absence de bactéries.
Classe granulométrique	[-100 ; +80 $\mu$ m]		Présence d'une substance dispersée sur toute la surface de contact avec une faible quantité.
Consortium bactérien	Exogène		
Mode d'agitation	Dynamique		
Classe granulométrique	[-100 ; +80 $\mu$ m]		Présence de failles et de fissures au niveau de la surface minérale ainsi qu'une quantité élevée de substance déposée sur cette surface.
Consortium bactérien	Indigène		
Mode d'agitation	Dynamique		
Classe granulométrique	[-80 ; +63 $\mu$ m]		Très grande quantité de substance déposée essentiellement autour les fissures du minerais.
Consortium bactérien	Indigène		
Mode d'agitation	Dynamique		

# **CONCLUSION GÉNÉRALE**



## Conclusion générale :

Le présent travail a pour but d'établir une étude comparative entre la biolixiviation du minerai plombo-barytique d'Ichemoul par un consortium de bactéries acidophiles indigènes et exogènes permettant de choisir la méthode la plus adéquate pour améliorer l'efficacité du procédé de biolixiviation sur ce minerai.

Afin de maximiser ce rendement, nous avons aussi fait varier des paramètres clés influençant la biolixiviation tels que la granulométrie, la densité de la pulpe ainsi que le mode d'agitation.

Après une caractérisation chimique et minéralogique des échantillons avant traitement par biolixiviation, l'isolement des bactéries a été fait à partir de deux minerais. Les bactéries indigènes à partir du minerai d'Ichemoul lui-même et les bactéries exogènes à partir de la mine abandonnée de Sidi Kamber (Skikda). Les essais de biolixiviation ont ensuite été effectués en variant trois paramètres dont la classe granulométrique du minerai  $[-80; +63\mu\text{m}]$  et  $[-100; +80\mu\text{m}]$ , la densité de la pulpe en fixant le rapport liquide/solide à 10% et 20% ainsi que le mode d'agitation en choisissant deux types d'essais; les essais statiques qui sont mis dans une étuve à 32°C ainsi que les essais dynamiques qui sont introduits dans un incubateur avec une rotation de 120 rot/min à une température fixe de 32°C. Les suivis des expériences ont été faits par mesure de quelques paramètres électrochimiques à savoir : le pH, la densité optique du milieu, le potentiel oxydo-réducteur ainsi que la concentration en fer ferreux.

Dans le but d'expliquer le phénomène et les mécanismes de la biolixiviation, une caractérisation chimique et minéralogique du minerai avant et après traitement a été réalisée par spectrométrie d'absorption atomique (SAA), microscopie électronique à balayage (MEB), diffractométrie aux rayons X (DRX) ainsi que la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Les résultats des analyses chimiques par SAA et par photomètre à flamme nous ont permis d'obtenir le rendement d'extraction de cinq métaux dont le plomb, le zinc, le fer, le cuivre et le baryum.

Nous avons alors remarqué que le rendement d'extraction optimal des métaux dépendait fortement des différents paramètres étudiés. Les paramètres ayant donné le meilleur taux d'extraction pour tous les métaux sont la granulométrie de  $[-80; +63\mu\text{m}]$ , la densité de pulpe de 10% et le mode d'agitation dynamique avec la biolixiviation par le biais du consortium de bactéries exogènes. Aussi, un autre résultat qui a attiré notre attention est la concentration de baryum qui est restée

# **RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- Acharya, C., R. N. Kar, and L. B. Sukla. 2003. "Studies on Reaction Mechanism of Bioleaching of Manganese Ore." *Minerals Engineering* 16(10):1027–30. doi: 10.1016/S0892-6875(03)00239-5.
- Anon. 1991. "Tailings Management: Problems and Solutions in the Mining Industry, by Gordon M. Ritcey, Elsevier, Amsterdam, 1989." *British Journal of Haematology* 78(4):594–96. doi: 10.1111/j.1365-2141.1991.tb04510.x.
- Banerjee, Indrani, Brittany Burrell, Cara Reed, Alan C. West, and Scott Banta. 2017. "Metals and Minerals as a Biotechnology Feedstockengineering Biomining Microbiology for Bioenergy Applications." *Current Opinion in Biotechnology* 45:144–55. doi: 10.1016/j.copbio.2017.03.009.
- Blázquez, M. L., J. M. Igual, C. García-balboa, and Universidad Simón Bolívar. 2008. "Diversité et Activité Des Bactéries Biolixiviables Des Phosphates." 92:124–29.
- Bosecker, Klaus. 1997. "Bioleaching: Metal Solubilization by Microorganisms." *FEMS Microbiology Reviews* 20(3–4):591–604. doi: 10.1016/S0168-6445(97)00036-3.
- Garrido, F., C. Michel, and D. Morin. 2002. "Les Exopolymères Bactériens : Synthèse Bibliographique." *BRGM* 39.
- Ghassa, Sina, Zohreh Boruomand, Hadi Abdollahi, Marzie Moradian, and Ata Akcil. 2014. "Bioleaching of High Grade Zn-Pb Bearing Ore by Mixed Moderate Thermophilic Microorganisms." *Separation and Purification Technology* 136:241–49. doi: 10.1016/j.seppur.2014.08.029.
- Groudev, S. N., and V. I. Groudeva. 1993. "Microbial Communities in Four Industrial Copper Dump Leaching Operations in Bulgaria." *FEMS Microbiology Reviews* 11(1–3):261–67. doi: 10.1111/j.1574-6976.1993.tb00293.x.
- Gustavo, Marcos, Monroy Fernandez, Marcos Gustavo, Monroy Fernandez, and Biolixiviation-cyanuration De. 2018. "Biolixiviation-Cyanuration de Minerais Sulfurés Aurifères Dans Des Dispositifs de Percolation : Comportement Des Populations de Thiobacillus Ferrooxidans et Influence de La Minéralogie et Des Conditions Opératoires To Cite This Version : HAL Id : Tel-0175." Ecole Nationale Supérieur de Géologie de Nancy.

- Hansford, Geoffrey S. 1997. "Recent Developments in Modeling the Kinetics of Bioleaching." *Biomining* 153–75. doi: 10.1007/978-3-662-06111-4\_8.
- Hugues, Patrick. 2013. "La Biolixiviation : Des Bactéries Au Service de La Production Des Métaux." *BRGM*.
- Jerez, C. A. 2011. *Bioleaching and Biomining for the Industrial Recovery of Metals*. Vol. 3. Second Edi. Elsevier B.V.
- Johnson, D. Barrie, Naoko Okibe, Kathryn Wakeman, and Liu Yajie. 2008. "Effect of Temperature on the Bioleaching of Chalcopyrite Concentrates Containing Different Concentrations of Silver." *Hydrometallurgy* 94(1–4):42–47. doi: 10.1016/j.hydromet.2008.06.005.
- Kawatra, S. Komar. 2007. *Microbial Processing of Metal Sulfides*. Springer. edited by E. D. W. Sand.
- Morin, Dominique, and D. P. Kelly. 2001. "Biotechnologies Dans La Métallurgie Extractive." *Development* 238.
- Nkulu Wa Ngoie, Guy. 2012. "Biolixiviation de La Carrolite-Appllications Aux Minerais Sulfurés Polymétalliques de l'Arc Cuprifère Du Katanga En République Démocratique Du Congo (RDC)." 241.
- Norris, C. 1988. "Surface X-Ray Scattering during Crystal Growth: Ge on Ge(111)." *Physical Review Letters* 61(19):2241–44. doi: 10.1103/PhysRevLett.61.2241.
- Praburaman, Loganathan, Jung Hee Park, Muthusamy Govarthan, Thangaswamy Selvankumar, Sae Gang Oh, Jum Suk Jang, Min Cho, S. Kamala-Kannan, and Byung Taek Oh. 2015. "Impact of an Organic Formulation (Panchakavya) on the Bioleaching of Copper and Lead in Contaminated Mine Soil." *Chemosphere* 138:127–32. doi: 10.1016/j.chemosphere.2015.05.059.
- Rabia, Hakim, Malek Ould Hamou, Katarzyna Kasperkiewicz, Jolanta Brożek, and Maria Augustyniak. 2019. "Adhesion Abilities and Biosorption of Cd and Mg by Microorganisms - First Step for Eco-Friendly Beneficiation of Phosphate Ore." *Scientific Reports* 9(1):1–14. doi: 10.1038/s41598-019-49406-4.

- Rawlings, Douglas E. 1997. *Bio mining: Theory, Microbes and Industrial Processes*. Springer. edited by D. E. Rawlings. Rondebosch, South Africa.
- Rawlings, Douglas E. 1997. *Bio mining: Theory, Microbes and Industrial Processes*. Springer.
- Rohwerder, T., T. Gehrke, K. Kinzler, and W. Sand. 2003. "Bioleaching Review Part A: Progress in Bioleaching: Fundamentals and Mechanisms of Bacterial Metal Sulfide Oxidation." *Applied Microbiology and Biotechnology* 63(3):239–48. doi: 10.1007/s00253-003-1448-7.
- Rouchalova, Dana, Kamila Rouchalova, Iva Janakova, Vladimir Cablik, and Sarah Janstova. 2020. "Bioleaching of Iron, Copper, Lead, and Zinc from the Sludge Mining Sediment at Different Particle Sizes, PH, and Pulp Density Using Acidithiobacillus Ferrooxidans." *Minerals* 2020 10(11).
- Samson, Willy Kitobo. 2009. "Dépollution et Valorisation Des Rejets Miniers Sulfurés Du Katanga." Université de Liège.
- Sand, Wolfgang. 2007. *Microbial Processing of Metal Sulfides*. Springer. edited by W. S. Edgardo R. Donati.
- Schnell, Henry A. 1997. "Bioleaching of Copper." *Research Journal of the Water Pollution Control Federation*.
- Söderström, B., E. Bååth, and B. Lundgren. 1983. "Decrease in Soil Microbial Activity and Biomasses Owing to Nitrogen Amendments." *Canadian Journal of Microbiology* 29(11):1500–1506. doi: 10.1139/m83-231.
- Vargas, Tomás, Humberto Estay, Ernesto Arancibia, and Simón Díaz-Quezada. 2020. "In Situ Recovery of Copper Sulfide Ores: Alternative Process Schemes for Bioleaching Application." *Hydrometallurgy* 196(September):105442. doi: 10.1016/j.hydromet.2020.105442.