

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

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



Nationale Polytechnique

Département : Génie Minier

Laboratoire : Génie Minier



Mémoire de projet de fin d'études

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

**Effets du temps de flottation et du dosage du
collecteur sur l'enrichissement du phosphate de
Djebel Onk**

KHELIF Otba

Sous la direction du professeur OULD HAMOU Malek

Présentée et soutenue publiquement le (14/07/2021)

Composition du Jury :

Président : Mr BENKACI Djamel

Examinatrice : Mlle MERCHICHI Amira

Promoteur : Pr OULDHAMOU Malek

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Ecole Nationale

Polytechnique



Département : Génie Minier

Laboratoire : Génie Minier



Mémoire de projet de fin d'études

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

Effets du temps de flottation et du dosage du collecteur sur l'enrichissement du phosphate de Djebel Onk

KHELIF Otba

Sous la direction du professeur OULD HAMOU Malek

Présentée et soutenue publiquement le (14/07/2021)

Composition du Jury :

Président : Mr BENKACI Djamel

Examinatrice : Mlle MERCHICHI Amira

Promoteur : Pr OULDHAMOU Malek

ENP 2021

ملخص: الفوسفات الطبيعي مصدر أساسي للغاية للمواد الخام للبشرية. نظرًا لتطبيقاتها المحتملة في العديد من القطاعات الصناعية: الأسمدة والتعدين والمنسوجات والمنظفات والأدوية والكيماويات وغيرها ، يتم إيلاء اهتمام خاص لاستخدامها واستعادتها. تمتص صناعة

الأسمدة الفوسفاتية وحمض الفوسفوريك أكثر من 80 ٪ من إنتاج مركبات الفوسفات. ومع ذلك ، فإن هذا القطاع يفرض متطلبات الجودة على هذه المركبات ، والتي ترتبط معاييرها بطبيعة الشوائب الموجودة في الخام. وبالتالي فإننا نواجه عددًا كبيرًا من الشوائب المزعجة أو حتى الضارة ، سواء في العناصر الرئيسية (الدولوميت ، والكوارتز ، والجبس ، والسيليكات ، وما إلى ذلك). في حالة دراستنا ، كنا مهتمين بدراسة تأثير تباين معاملي التعويم ، الوقت وجرعة المجمع ، على تخصيب فوسفات جبل العنق ؛ تم تطبيق الدراسة على خام الفوسفات من كفاسنون وبلد الهضبة.

الكلمات المفتاحية: فوسفات ، تعويم ، معالجة ، جبل العنق ، التوصيف

Abstract: Natural phosphates constitute an essential source of raw material for humanity, given their potential applications in many industrial sectors: fertilizers, metallurgy, textiles, detergents, pharmaceuticals, chemicals and others; a particular interest is focused on their exploitation and their valuation. The phosphate fertilizer and phosphoric acid industry absorbs over 80% of the production of phosphate concentrates. However, this sector imposes quality requirements on these concentrates, the criteria of which are related to the nature of the impurities contained in the ore. We thus encounter a large number of troublesome or even harmful impurities, both in major elements (dolomite, quartz, gypsum, silicates, etc.). In the case of our study, we were interested in the following parameters:

- The flotation time
- The dosage of the collector.

Keywords: Phosphate, Flotation, Enrichment, Djebel Onk, Characterization.

Résumé: Les phosphates naturels constituent une source de matière première indispensable pour l'humanité, au vu de leurs potentielles applications dans de nombreux secteurs industriels : engrais, métallurgie, textiles, détergents, pharmacie, chimie et autres; un intérêt particulier est porté sur leur exploitation et leur valorisation. L'industrie des engrais phosphatés et de l'acide phosphorique absorbe plus de 80 % de la production des concentrés de phosphates. Cependant, cette filière impose des exigences de qualité à ces concentrés dont les critères sont en relation avec la nature des impuretés contenues dans le minerai. On rencontre ainsi un grand nombre d'impuretés gênantes ou même nuisibles, aussi bien en éléments majeurs (dolomite, quartz, gypse, silicates,). qu'en éléments mineurs tel que les différents oxydes (MgO, SiO₂, CaO, ...). Dans le cas de notre étude, nous nous sommes intéressés aux paramètres suivants :

- Le temps de flottation
- Le dosage du collecteur.

L'étude a été appliquée sur les phosphates bruts de gisement de Djebel Onk, de Kef Essnoun et de Bled El Hadba,

Mots clés: Phosphate, Flottation, Enrichissement, Djebel Onk, Caractérisation.

Remerciements

Dix-sept cycles terrestres sur le soleil, c'était le titre d'un très long chapitre qui fût les trois quart de ma vie et qui se clôturera très prochainement, un chapitre qui a commencé par le simple apprentissage de l'alphabet et le comptage de zéro à dix, pour que je puisse écrire mon prénom et calculer mon âge, et qui se conclut avec un cortex préfrontal doté d'une forte capacité de pensée logique et d'empathie qui fait que les connaissances que je synthétise et traite seront une bénédiction pour moi.

Dix-sept années pleines de toutes les émotions et de tous les sentiments pensables et inconcevables, pleines de moments forts, de moments où ma faiblesse prenait le dessus sur ma vigueur. Mais surtout, pleines de jours où j'ai gardé la tête quand tout le monde autour de moi perdait la sienne, de jours où j'ai pu me faire confiance, de jours où j'ai rêvé, et j'ai fait de mes rêves mon maître, de jours où j'ai pu penser, et j'ai fait de mes pensées ma fin, de jours où j'ai pu forcer mon cœur, mes nerfs et mes tendons à servir mon âme, de jours où j'ai tenu bon quand il n'y avait rien en moi.

Mais "devenir" ne consiste pas à arriver quelque part ou à atteindre un certain but. Il s'agit plutôt d'un mouvement vers l'avant, d'un moyen d'évoluer, d'une façon de tendre continuellement vers un meilleur soi. Le chapitre se ferme mais le voyage ne se termine jamais.

Dieu soit loué pour avoir béni mon esprit, mon cœur, mon corps et mon âme, et pour avoir fait de moi ce que je suis aujourd'hui.

Je suis tellement reconnaissant d'avoir une famille aussi loyale, solidaire et attentionnée que la mienne, ma mère, mon père, ma soeur et mon frère, qui ont été et sont toujours une énorme source de réconfort qui m'a fait savoir à quel point je suis aimé.

Ma très grande gratitude au Professeur **OULD HAMOU Malek** et à **Mademoiselle MERCHICHI Amira** pour leur soutien sans faille que je n'oublierai jamais. Je les remercie sincèrement pour le temps qu'ils ont passé à m'aider en de nombreuses occasions; Les mots ne suffisent pas pour leur exprimer toute ma gratitude..

Mes remerciements à l'ensemble des enseignants qui ont contribué à ma formation dans et hors du cadre pédagogique.

A mes amis **Abdelmalek, Nacim, Mohamed, Ramzi, Rami, Karim, Wassim, Kamel, Amine, Farid** et **Chico**.

A toute l'équipe du **CAP**.

A ma somptueuse **Lady de Glencoe, Malika**.

Que Dieu nous accorde toute sa miséricorde.
Amen.

Liste des tableaux

| Numéro du tableau | Nom du tableau | page |
|-------------------|--|------|
| 01 | Analyse moyenne des éléments majeurs des montagnes rocheuses R.A GULBRANDSEN 1966. | 17 |
| 02 | Analyse moyenne des éléments traces des montagnes rocheuses R.A GULBRANDSEN 1966. | 18 |
| 03 | Analyse moyenne des éléments traces KRAUSKOPE (1955). | 19 |
| 04 | Répartition des réserves mondiales de phosphates [Source : 2019 US geological survey on phosphate rock]. | 20 |
| 05 | Répartition de productions mondiales de phosphates [Source : 2019 US geological survey on phosphate rock]. | 23 |
| 06 | Production mondiale de phosphates - 1996-2005 (Millions de tonnes de minerai) [Source : futura24.voila.net]. | 24 |
| 07 | Évolution des prix de phosphate brut par pays exportateur Mondes en Développement Vol.31-2003/2-n°122. | 26 |
| 08 | Attaques simples ou complexes des deux phosphates naturels bruts du Yunnan. Titres des acides employés (%), quantités de produits ajoutées (kg pour 100 kg de phosphates bruts). Source (B. TRUONG, et D. MONTANGE. “Valorisation des phosphates naturels pour un usage agricole en Chine.” Décembre 1 998.). | 33 |
| 09 | Principaux minéraux pouvant être séparés par flottation Extrait de : P. BLAZY, E. JDID, <i>Flottation</i> , réf. J3350, Techniques de l'Ingénieur (2000). | 35 |
| 10 | Estimation des ressources mesurées et indiquées à l'intérieur des concessions pour DOS et BEH (Source: Rapport technique sur l'estimation des ressources minérales Djebel Onk Sud et Bled El Hadba, Est de l'Algérie 2014). | 47 |

| | | |
|----|---|-----------|
| 11 | Estimation des ressources mesurées et indiquées en globalité pour DOS et BEH (Source: Rapport technique sur l'estimation des ressources minérales Djebel Onk Sud et Bled El Hadba, Est de l'Algérie 2014). | 48 |
| 12 | Ressources mesurées et indiquées pour DOS par couche (couche sommitale=1, couche principale=2, couche basale=3) à l'intérieur de la concession et en globalité. (Source: Rapport technique sur l'estimation des ressources minérales Djebel Onk Sud et Bled El Hadba, Est de l'Algérie 2014). | 48 |
| 13 | Liste des réactifs avec leurs concentrations. | 62 |
| 14 | Les paramètres de la variante une de flottation. | 63 |
| 15 | Les paramètres de la variante deux de flottation. | 64 |
| 16 | Les paramètres de la variante trois de flottation. | 65 |
| 17 | Les paramètres de la variante quatre de flottation. | 66 |
| 18 | Les paramètres de la variante cinq de flottation du gisement de BEH. | 67 |
| 19 | Propriétés physiques des échantillons. | 72 |
| 20 | Résultats de l'analyse granulométrique de l'échantillon KES | 73 |
| 21 | Résultats de l'analyse granulométrique de l'échantillon BEH. | 74 |
| 22 | Résultats d'analyse du MEB de l'échantillon KES du Ruda 1(1). | 77 |
| 23 | Résultats d'analyse du MEB de l'échantillon KES du Ruda 1(2). | 79 |
| 24 | la composition minéralogique de l'échantillon de KES | 82 |
| 25 | la composition minéralogique de l'échantillon de BEH | 82 |
| 26 | Résultats d'analyse de la XRF de l'échantillon KES tout venant. | 83 |
| 27 | Résultats d'analyse de la XRF de l'échantillon BEH tout venant. | 84 |
| 28 | Résultats des essais de la flottation | 84 |

Liste des figures

| Numéro de la figure | Nom de la figure | page |
|---------------------|---|------|
| 01 | Mécanisme des courants ascendants Upwelling (Bakun, 1990). | 14 |
| 02 | Mécanisme de développement des faciès phosphatés et siliceux (Keyser et Cook 1972). | 15 |
| 03 | Estimation des réserves mondiales de phosphate en milliards de tonnes (Us Geological Survey 2011). | 22 |
| 04 | Principales zones d'extraction du phosphore en milliers de tonnes (Us Geological Survey 2011). | 23 |
| 05 | Gisements économiques et potentiellement économiques de phosphates du monde (Source : Fao.org). | 25 |
| 06 | Évolution du cours du phosphate brut en Dollars US/T.m (1950-2000) selon les statistiques des Nations Unies. | 28 |
| 07 | Phosphate naturel (Maroc), 70% BPL, contrat, fas Casablanca dollars américains par tonne métrique source (Fertilizer Week, Fertilizer International; World Bank). | 28 |
| 08 | Différentes utilisations du phosphore, source Arte Future. | 31 |
| 09 | Processus industriel de la flottation. | 37 |
| 10 | Schéma de principe de la flottation ionique et de la flottation de précipité. | 38 |
| 11 | Situation géographique des gisements de phosphate du bassin Djebel Onk, Source H.Mezghache, A. Hani, Typologie chimique des phosphates du gisement de Djemi-Djema- bassin de Djebel Onk (Algérie Orientale) [Article]. | 42 |
| 12 | Colonne stratigraphique des monts de Mellègue (Bouzenoune, 1993). | 44 |
| 13 | Gisement de Kef Es sennoun (Kechiched, 217). | 46 |
| 14 | Log Lithologique du gisement de Kef Es Sennoun (Kechiched, 2017). | 46 |

| | | |
|----|---|-----------|
| 15 | Protocole de la flottation. | 61 |
| 16 | Filtration à l'aide d'une pissette. | 69 |
| 17 | Courbe granulométrique de l'échantillon du phosphate de KES. | 75 |
| 18 | Courbe granulométrique de l'échantillon du phosphate de BEH. | 75 |
| 19 | l'image donnée par le MEB de l'échantillon KES Ruda 1(1). | 76 |
| 20 | spectromètre à rayon x à dispersion d'énergie de l'échantillon KES Ruda 1 point 1. | 77 |
| 21 | spectromètre à rayon x à dispersion d'énergie de l'échantillon KES Ruda 1 point 2. | 77 |
| 22 | l'image donnée par le MEB de l'échantillon KES Ruda 1(2). | 78 |
| 23 | spectromètre à rayon x à dispersion d'énergie de l'échantillon KES Ruda 1(2) point 1. | 78 |
| 24 | spectromètre à rayon x à dispersion d'énergie de l'échantillon KES Ruda 1(2) point 2. | 79 |
| 25 | image de la microscopie optique de l'échantillon BEH | 81 |
| 26 | Spectroscopie de la composition minéralogique de l'échantillon de KES. | 81 |
| 27 | Spectroscopie de la composition minéralogique de l'échantillon de BEH. | 82 |
| 28 | Courbe de rendement et de récupération; collecteur acide oléique déprimant HF KES. | 86 |
| 29 | Courbe de rendement et de récupération; collecteur Dodecylsulfate sodium; déprimant HF KES. | 86 |
| 30 | Courbe de rendement et de récupération; collecteur Acide oléique sodium; déprimant Silicate sodium KES. | 87 |
| 31 | Courbe de rendement et de récupération; collecteur Dodecylsulfate sodium; déprimant Silicate Sodium. | 87 |
| 32 | Courbe de rendement et de récupération; collecteur Dodecylsulfate sodium; déprimant Silicate Sodium BEH. | 88 |
| 33 | Courbe de rendement et de récupération; l'ensemble des essais. | 88 |

Liste des abréviations et nomenclature

DOS: Djebel Onk Sud.

KES: Kef Es Snoun.

BEH: Bled El Hadba.

PPM: Partie Par Million.

OCP: l'Office Chérifien du Phosphate.

BPL: (Bone Phosphore of Lime) exprime le taux de phosphore contenu dans le phosphate.

pH: Potentiel hydrogène.

MEB: Microscope électronique à balayage.

DRX: Diffraction des Rayons X.

FRX: Fraction des Rayons X.

P2O5: Pentoxyde de phosphore.

Fe2O3: Oxyde de fer(III).

Al2O3: Oxyde d'aluminium.

SiO2: Dioxyde de silicium.

MgO: Oxyde de magnésium.

CaO: Oxyde de calcium.

Na2O: Oxyde de sodium.

K2O: Oxyde de potassium.

H2O: Monoxyde de dihydrogène.

TiO2: Dioxyde de titane.

CO2: Dioxyde de carbone.

SO3: Trioxyde de soufre.

F: Fluor.

U: Uranium.

Ag: Argent.

As: Arsenic.

B: Bore.

Ba: Barium.

Ti: Titane.

Zn: Zinc.

V: Vanadium.

Sr: Strontium.

C₁₈H₃₄O₂: Acide Oléique.

C₁₂H₂₅NaO₄S: Dodécylsulfate de sodium.

Na₂SiO₃: Silicates de sodium.

HF: Acide fluorhydrique.

Sommaire :

| | |
|--|----|
| Remerciements..... | |
| Liste des tableaux | |
| Liste des abréviations et nomenclature..... | |
| Sommaire : | |
| Introduction générale :..... | 13 |
| Chapitre I : Généralité | 14 |
| I.1.2 Origines de gisements de phosphate: | 14 |
| I.1.3 Formation de gisements de phosphate: | 15 |
| I.1.4 Type de gisements de phosphate: | 17 |
| I.1.4 Caractéristiques des gisements de phosphate:..... | 18 |
| I.1.4.2 Caractéristiques Physiques: | 20 |
| I.2 Réserves et production mondiales de phosphate :..... | 21 |
| I.2.2 Production mondiale de phosphate :..... | 23 |
| I.2.3 Les gisements les plus importants de phosphate :..... | 25 |
| I.3 Economie des phosphates : | 26 |
| I.3.2 L'Évolution du marché international du phosphate avant et après la crise de 1973 :..... | 27 |
| I.3.3 L'évolution du marché de 1979 à 2000 :..... | 28 |
| I.3.4 L'évolution du marché de nos jours :..... | 29 |
| I.4 Applications industrielles des phosphates : | 30 |
| I.4.1 Le phosphate dans le domaine des engrais :..... | 30 |

| | | |
|---|--|----|
| I.4.2 | Fabrication à l'échelle industrielle d'acide phosphorique :..... | 31 |
| I.4.3 | Autres utilisations :..... | 31 |
| I.5 | Valorisation des phosphates naturels :..... | 33 |
| I.5.2 | Méthodes chimiques: | 33 |
| I.5.2.1 | La calcination : | 35 |
| I.5.2.2 | La flottation :..... | 35 |
| I.5.2.2.1 | La flottation ionique :..... | 38 |
| I.5.2.2.2 | La flottation de précipitation :..... | 39 |
| I.5.2.2.3 | Paramètres de la flottation :..... | 40 |
| I.5.2.2.3.1 | L'effet du pH sur la flottation :..... | 40 |
| I.5.2.2.3.1.1 | L'effet du pH sur les espèces à flotter : | 40 |
| I.5.2.2.3.1.2 | L'effet du pH sur le collecteur : | 41 |
| I.5.2.2.3.2 | L'effet de la nature et concentration des espèces ioniques sur la flottation : | 41 |
| I.5.2.2.3.3 | L'effet du choix du collecteur sur la flottation : | 41 |
| I.5.2.2.3.4 | L'effet de la température sur la flottation : | 41 |
| I.5.2.2.3.5 | L'effet du bullage sur la flottation : | 42 |
| I.6 | Bassin de Djebel Onk :..... | 42 |
| I.6.1 | Différents gisements de phosphate du bassin de Djebel Onk :..... | 43 |
| I.6.2 | Géologie des gisements :..... | 44 |
| I.6.3 | Réserve des gisements :..... | 50 |
| Chapitre II : Méthodologie et protocoles analytiques..... | | 54 |
| II.1.1 | Homogénéisation et Quartage: | 54 |
| II.1.3 | Broyage:..... | 54 |
| II.2 | Caractérisation : | 56 |

| | | |
|---|---|----|
| II.2.1.1 | Analyse granulométrique : | 56 |
| II.2.1.2 | Propriétés physiques: | 57 |
| II.2.2 | Caractérisation physico-chimique et minéralogique : | 58 |
| II.2.2.1 | Caractérisation par microscopie électronique à balayage MEB : | 59 |
| II.2.2.2 | Caractérisation par diffraction des rayons X: | 60 |
| II.2.2.3 | Caractérisation par Fraction des rayons X : | 60 |
| II.2.2.4 | Caractérisation par Microscopie Optique : | 61 |
| II.3 | Essais de flottation : | 61 |
| II.3.2 | Paramètres de flottation : | 65 |
| II.3.3 | Flottation du tout venant du gisement de Kef Esnoun: | 65 |
| II.3.3.1 | Variante une : | 65 |
| II.3.2.2 | Variante deux : | 66 |
| II.3.2.3 | Variante trois : | 67 |
| II.3.2.4 | Variante quatre : | 68 |
| II.3.4 | Cas de Bled EL Hadba: | 70 |
| II.3.4.1 | Variante cinq: | 70 |
| II.3.5 | Opérations auxiliaires : | 72 |
| II.3.5.2 | Pesée : | 73 |
| II.3.5.3 | Préparation pour les analyses : | 73 |
| Chapitre III : Interprétation des résultats | | 75 |
| III.1.1 | Propriétés physique : | 75 |
| III.1.2 | Analyse granulométrique : | 76 |
| III.2 | Résultats des Analyse Chimiques : | 79 |
| III.2.2 | Discussion des résultats du Microscope optique : | 83 |

| | | |
|---------|--|----|
| III.2.3 | Discussion des résultats de la DRX : | 84 |
| III.2.4 | Discussion des résultats de la XRF : | 86 |
| III.3 | Résultats de la flottation: | 87 |
| | Interprétation : | 92 |
| | Conclusion générale : | 93 |
| | Annexe 1 | 97 |

Introduction générale :

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

L'industrie des engrais phosphatés et de l'acide phosphorique absorbe plus de 80 % de la production des concentrés de phosphate. Cependant, cette filière impose des exigences de qualité à ces concentrés, en relation avec la nature des impuretés contenues dans la matrice et dans la gangue. On rencontre ainsi un grand nombre d'impuretés gênantes ou même nuisibles aussi bien en éléments majeurs (dolomite, calcite, quartz, gypse, ...).

Les facteurs importants dans la conversion chimique des phosphates naturels en engrais sont la teneur en P_2O_5 sous forme d'apatite qui rend le potentiel économique du minerai grand lorsqu'elle est considérable ainsi que par des teneurs faibles en différents oxydes (MgO , SiO_2 , CaO , ...).

Dans le cadre de notre travail, nous nous sommes intéressés aux phosphates de Djebel Onk dont le potentiel de réserve est considérable. L'étude a pour but principal d'identifier l'influence et l'impact de la variation de deux paramètres importants de la flottation qui sont le temps de la flottation et le dosage des collecteurs sur la valorisation des phosphates de Djebel Onk, provenant des gisements de Kef Esnoun et Bled El Hadba.

La réalisation de cette étude a nécessité l'utilisation d'une cellule de flottation et de plusieurs méthodes d'analyses physico-chimiques, permettant d'évaluer les caractéristiques pétro-minéralogiques et chimiques de notre minerais.

Ce mémoire est composé de trois chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique sur les phosphates naturels dans le monde et ceux de Djebel-Onk. Il comporte des généralités sur les phosphates naturels : domaines d'applications industrielles, réserves et productions, ainsi que sur leurs propriétés. L'appréciation géologique et minière des différents gisements de phosphate de Djebel Onk, les différents procédés d'enrichissement.
- Le deuxième présentera en détail le travail élaboré au laboratoire ainsi que la méthodologie et le protocole analytique.
- Le troisième portera sur les résultats ainsi que l'interprétation de ces derniers, on en finira avec une conclusion.

Chapitre I : Généralité

I.1 Généralités sur les minerais de phosphate:

Les phosphates sont des roches exogènes contenant une quantité plus ou moins élevée en P_2O_5 . Selon la classification minéralogique internationale de 1974.

Par ordre d'abondance, les phosphates se trouvent dans le onzième de tous les éléments de la croûte terrestre. C'est un oligo-élément pour de nombreuses roches car il ne représente que 0,1% de la lithosphère ; mais il est important en raison de sa fréquence d'occurrence et parce que certaines roches sont composées principalement de minéraux phosphatés [1].



I.1.2 Origines de gisements de phosphate:

Les gisements de phosphate se trouvent dans des bassins sédimentaires, cette présence dépend de plusieurs facteurs et processus et surtout d'une source en phosphore suffisante, et des conditions favorables de la formation de l'apatite, une roche sédimentaire phosphoreuse, dans les sédiments, et des conditions qui favorisent l'accumulation des minéraux phosphatés.

Les gisements de phosphate naturel sont soit d'origines volcaniques ou, des restes de mammifères marins qui comprennent, comme pour les animaux terrestres, un mélange de phosphate et de carbonates de calcium.

“Les gisements volcaniques du Missouri sont des sources très peu solubles de phosphore en raison de leur structure cristalline. Les gisements sédimentaires riches en calcium comme ceux de l'Arkansas sont également de moins bonnes sources de phosphore car le calcium réduit la solubilité du phosphore” (Höweler et Woodruff, 1968) [2].



Les scientifiques et les auteurs sont divisés en deux groupes supportant deux théories différentes sur les sources possibles du phosphore.

La première défendue par Bushinski (1964) qui supporte la théorie d'alimentation directe à partir du continent, où il a évoqué l'exemple de la fleuve Volga en Russie qui déverse 6000 tonnes de phosphore chaque année dans la mer Caspienne sous la forme de

phosphate minéral en solution, cette grande accumulation donne lieu à un très grand gisement de phosphate.

L'autre théorie qui est l'alimentation à partir des apports océanique proposée par Kazakov (1937) et reprise par McKelvey et al., (1953), les teneurs moyennes de phosphate en solution ou en suspension dans les océan et les mers sont de 0.07 à 0.075 ppm, et cette dernière augmente proportionnellement avec la profondeur jusqu'à 1000m(Gulbrandsen, 1969 et Roberson, 1966), cette accumulation donne naissance à des gisements de phosphate [3].

I.1.3 Formation de gisements de phosphate:

Différents auteurs ont proposé plusieurs théories de la formation des gisements de phosphate (Kazakov 1937- 1950, McKelvey et al 1953, Rittmann-Nachu 1955, Gulbrandsen 1969, Baturin 1969, 1974, Price et Calvert 1978, Lucas et Prevot 1981, 1984, 1985, Prevot 1988, et Mouflih 1991), il existe deux possibilités de formation de roches phosphatées, soit par précipitation directe sous forme d'apatite, soit par une précipitation avec un précurseur calcite initiale, phosphate d'ammonium, phosphate decalcium ou de magnésium amorphe...

Plusieurs modèles de formation ont été proposés par ces auteurs, expliquant la genèse des phosphates, les plus connus sont:

- Le modèle des environnements sédimentaires en contact direct avec la haute mer(Kasakov 1937, Cheney et Sheldon 1959), qui permet l'étalement des courants ascendants (upwellings)



Figure 1 : Mécanisme des courants ascendants Upwelling (Bakun, 1990).

- Le modèle du bassin fermé en communication restreinte avec la haute mer (Boujo, 1972, Sassi 1974, Lucas et Prevot 1975), ce modèle présente que le phosphore et les autres minéraux des eaux froides profondes, nécessaires à la formation des phosphates, seront distribués par l'intermédiaire des courants de distribution dans des cuvettes peu profondes protégées des courants forts venus du large.

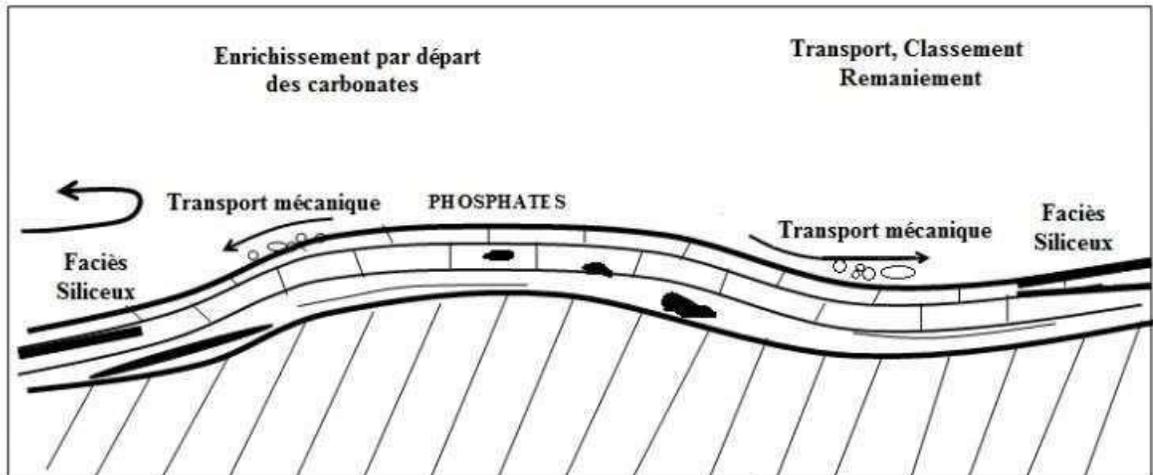


Figure 2: Mécanisme de développement des faciès phosphatés et siliceux (Keyser et Cook 1972).

- Le modèle des bassins évaporitiques (Hite 1978) ce type de bassin joue un rôle essentiel dans la formation des phosphates. Ce modèle a été adopté pour les phosphates de Foum Selja à la Tunisie caractérisé par deux séquences gypseuses encadrant la séquence phosphatée (Lucas et al., 1979)
- Le modèle des pièges (Slansky 1980, Lucas et Prevot 1975) qui sont soit des dépressions locales des fonds marins, soit des rides de fond, soit des seuils qui séparent un bassin partiellement ou à l'intérieur d'un golfe étroit. La présence de ces pièges est essentielle lors de l'accumulation de la matière organique qui déclenche la sédimentation phosphatée.

I.1.4 Type de gisements de phosphate:

Il existe quatre types de gisement de phosphate dans le monde de différentes origines selon Slansky (1980), nous pouvons les distinguer comme suit:

- Les gisements d'origine ignée associés aux roches sédimentaires et à des complexes intrusifs alcalins (les syénites, les syénites néphéliniques, les carbonates, les ijolites et les pyroxénites), comme les gisements de Khibiniy en Russie avec 16 millions de tonnes de minerais et une teneur de 18% de P₂O₅, les gisements de Palabora en Afrique de Sud où l'apatite est associée à un contexte à carbonatite et pyroxénite à serpentine et magnétite, avec des teneurs concentrées à 35.7%.
- Les gisements de type Guanos qui se forment suite à une réaction de déjections d'oiseaux de mer qui contiennent environ 4% de P₂O₅ sur les roches réceptrices, ces gisements ont une valeur économique non négligeable et la qualité des phosphates est intéressante par rapport à leur quantité, nous donnons l'exemple des deux îles, l'île Christmas en Australie, qui présente des réserves supérieures à 200 millions de tonnes avec une teneur allant de 21.8 à 36.6%, à titre d'information, la production de cette île en 1973 atteint 1 493 millions de tonnes, et l'île Nauru dans l'océan Pacifique qui contiennent 90 millions de tonnes de minerai avec 39 % en P₂O₅ avec une production de 2 323 millions de tonnes.

Les gisements issus du guano n'ont actuellement d'intérêt que dans la mesure où la roche réceptrice est calcaire; dans les autres cas les minéraux formés sont des phosphates de fer ou d'alumine peu exploitables actuellement.

- Les gisements de type sous-marin sont des accumulations représentées par des nodules phosphatés largement distribués au fond des océans, essentiellement sur le plateau continental, les principales se situent le long des côtes occidentales des continents africain et américain, leurs réserves sont estimées à 30 milliards de tonnes à une teneur aux alentours de 30%.

- Les gisements de types sédimentaires, considérés les plus abondants en quantité et en teneur en P_2O_5 en dépassant les 28%, ils représentent des aspects très variés, sous forme de nodules, de grains de taille variée, de coprolithes, d'oolithes, de débris de dents ou d'os. Ils ont une répartition stratigraphique et géographique très variée, la genèse de ces dernières est liée à l'augmentation des teneurs des phosphates des eaux océaniques en fonction de la profondeur.

Les régions les plus productrices du phosphate sédimentaire au monde sont ; les Etats-unis avec 37 millions de tonne environ, avec des gisements du Pliocène et Miocène, en suite l'Afrique du nord avec une production de 20 millions de tonnes dont le Maroc uniquement y contribue avec 16 millions de tonnes avec ses niveaux phosphatés de l'Eocène inférieur, en troisième place vient la Russie ex URSS avec une production de 6 à 7 millions de tonne, ces statistiques datent de 1975 [4].

I.1.4 Caractéristiques des gisements de phosphate:

I.1.4.1 Caractéristiques Chimique:

Selon plusieurs analyses chimiques qui ont été faites notamment par R.A. GULBRANDSEN et publié en 1966, les minerais qui sont commercialisés ont une forte teneur en P_2O_5 , généralement supérieur à 30%, parfois ça peut arriver jusqu'à 36% au Sahara occidentale et au Maroc. Nous pouvons remarquer une faible teneur en Fe_2O_3 et Al_2O_3 dans ces minerais, inférieur à 3%, ainsi qu'une faible teneur en Fluor qui varie entre 3% et 3.5% atteignant 4% au Maroc, en Algérie, en Syrie, en Jordanie et en Palestine.

Voici un Tableau d'une analyse moyenne des phosphates permien des montagnes rocheuses en USA publiée en 1966 par R.A GULBRANDSEN :

Tableau 1 : Analyse moyenne des éléments majeurs des montagnes rocheuses R.A GULBRANDSEN 1966

| Eléments Majeurs | Poids en % |
|--------------------------------|-------------------|
| SiO ₂ | 11.9 |
| Al ₂ O ₃ | 1.7 |
| Fe ₂ O ₃ | 1.1 |

| | |
|-------------------------------|------|
| MgO | 0.3 |
| CaO | 41.0 |
| Na ₂ O | 0.6 |
| K ₂ O | 0.21 |
| H ₂ O total | 2.2 |
| H ₂ O | 0.6 |
| TiO ₂ | 0.1 |
| P ₂ O ₅ | 30.5 |
| CO ₂ | 2.2 |
| SO ₃ | 1.8 |
| F | 3.1 |
| Matière Organique | 2.1 |

Tableau 2 : Analyse moyenne des éléments traces des montagnes rocheuses R.A GULBRANDSEN 1966

| Eléments traces | P.P.M | Eléments traces | P.P.M |
|------------------------|--------------|------------------------|--------------|
| U | 90 | Mo | 30 |
| Ag | 3 | Nd | 300 |
| As | 40 | Ni | 100 |
| B | < 50 | Pb | <10 |
| Ba | 100 | Sb | 7 |
| Be | < 0.5 | Sc | 10 |
| Cd | < 50 | Se | 13 |
| Co | < 10 | Sr | 1000 |
| Cr | 1000 | V | 300 |

| | | | |
|----|------|----|------|
| Cu | 100 | Y | 1000 |
| Ga | < 10 | Yb | 10 |
| La | 300 | Zn | 300 |
| Mn | 30 | Zr | 30 |

En effet, les teneurs des éléments traces sont variables, et d'autres analyses ont été faites après et même avant celles GULBRANDSEN. Pour avoir une meilleure idée sur les abondances des éléments traces dans les phosphates, voici un tableau représentatif des teneurs des éléments traces en PPM d'après KRAUSKOPE (1955):

Tableau 3 : Analyse moyenne des éléments traces KRAUSKOPE (1955)

| | | | |
|----|----------|----|-----------|
| Ag | 7 - ? | Ni | 4 - 200 |
| As | 5 - 35 | Sr | 50 - 1000 |
| Ba | 30 - 300 | V | 30 - 200 |
| Cr | 30 - 400 | Zn | 4 - 200 |
| Cu | 4 - 40 | Zr | 10 - 1000 |
| Mo | 1 - 100 | | |

D'autres analyses moins complètes ont été publiées, mais en général, nous pouvons dire que les éléments traces qui peuvent atteindre des concentrations importantes dans les phosphates sont le Ti, V, Sr, Ba, et Zn.

I.1.4.2 Caractéristiques Physiques:

Pour la disponibilité du phosphore, les propriétés physiques du phosphate naturel ne sont pas aussi importantes que sa composition chimique. elles ont tout de même encore un impact là-dessus. Les principales propriétés physiques utilisées sont la compacité, la porosité, la finesse de broyage et la surface spécifique.

Règle générale, la réactivité du phosphate de roche, donc sa disponibilité, s'accroît lorsque sa densité décroît et que sa surface active ou spécifique s'accroît. La surface active tend à augmenter selon la finesse des particules d'après les données de Caro et Hill (1956), bien que les résultats soient très variables d'un type de phosphate à l'autre. Cela voudrait pratiquement dire que plus un phosphate de roche est broyé finement, plus le phosphore peut être disponible.

I.2 Réserves et production mondiales de phosphate :

I.2.1 Réserves mondiales de phosphate :

Les roches phosphatées sont considérées parmi les roches les plus abondantes dans la croûte terrestre, néanmoins, les réserves sont estimées des ressources commerciales totales de phosphate, en particulier sous forme de roche phosphatée.

Les « réserves » désignent la quantité présumée récupérable aux prix courants du marché et les « ressources » correspondent à la quantité estimée d'une qualité ou d'une teneur telle qu'elles ont des perspectives raisonnables d'extraction économique [5].

L'Institut d'études géologiques des États-Unis (USGS) a estimé en 2017 que les réserves mondiales de roches phosphatées de valeur économique touchent les 68 milliards de tonnes [6].

Selon un article publié en 2019 par l'US geological survey on phosphate rock, les réserves mondiales de phosphate en 2018 étaient estimées à 70 milliards de tonnes.

Le tableau suivant montre la liste des pays ayant des grandes réserves de phosphates en milliards de tonnes:

Tableau 4: Répartition des réserves mondiales de phosphates [Source : 2019 US geological survey on phosphate rock]

| Pays | Réserves en milliers de tonnes |
|---------------------------------------|---------------------------------------|
| Algérie | 2 200 000 |
| Australie | 1 100 000 |
| Brésil | 1 700 000 |
| Chine | 3 200 000 |
| Egypte | 1 300 000 |
| Etats-Unis | 1 000 000 |
| Finlande | 1 000 000 |
| Inde | 46 000 |
| Jordanie | 1 000 000 |
| Kazakhstan | 260 000 |
| Mexique | 30 000 |
| Maroc + Sahara occidental | 50 000 000 |
| Pérou | 400 000 |
| Russie | 600 000 |
| Arabie Saoudite | 1 400 000 |
| Sénégal | 50 000 |
| Afrique du Sud | 1 500 000 |
| Syrie | 1 800 000 |
| Togo | 30 000 |
| Tunisie | 100 000 |
| Ouzbekistan | 100 000 |
| Palestine sous l'occupation coloniale | 67 000 |
| Vietnam | 30 000 |
| Autres pays | 770 000 |

| | |
|----------------------|-------------------|
| Total mondial | 70 000 000 |
|----------------------|-------------------|



Figure 3: Estimation des réserves mondiales de phosphate en milliards de tonnes (Us Geological Survey 2011).

I.2.2 Production mondiale de phosphate :

La production moyenne de phosphates dans le monde entier a été estimée de 137.6 millions de tonnes entre 1996 et 2005, dont 42.9 millions de tonnes de P₂O₅ (US Geological Survey) anhydride phosphorique, qui est la base de l'industrie de l'acide phosphorique et des engrais phosphorés.

Le Maroc, La Chine et Les Etats-unis, sont les pays les plus exploitants et producteurs de phosphates dans le monde.

La figure suivante nous montrera les principales zones d'exploitation et d'extraction des roches phosphoriques:



Figure 4: Principales zones d'extraction du phosphore en milliers de tonnes (Us Geological Survey 2011).

Tableau 5: Répartition de productions mondiales de phosphates [Source : 2019 US geological survey on phosphate rock]

| Pays | Production en milliers de tonnes | Pays | Production en milliers de tonnes |
|------------|----------------------------------|---------------------------------------|----------------------------------|
| Algérie | 1 300 | Russie | 13 000 |
| Australie | 3 000 | Arabie Saoudite | 5 200 |
| Brésil | 5 400 | Sénégal | 1 500 |
| Chine | 140 000 | Afrique du Sud | 2 100 |
| Egypte | 4 600 | Syrie | 100 |
| Etats-Unis | 27 000 | Togo | 850 |
| Finlande | 1 000 | Tunisie | 3 300 |
| Inde | 1 600 | Ouzbekistan | 900 |
| Jordanie | 8 800 | Palestine sous l'occupation coloniale | 3 900 |
| Kazakhstan | 1 600 | Vietnam | 3 300 |

| | | | |
|---------------------------|--------|----------------------|---------|
| Mexique | 2 000 | Autres pays | 1 300 |
| Maroc + Sahara occidental | 33 000 | Total mondial | 270 000 |
| Pérou | 3 100 | | |

Selon une étude faite par L'Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO), les minerais de phosphates exploités contiennent une teneur assez faible en Uranium des phosphates, allant de 12 ppm à 82 ppm pour les trois quarts de la production mondiale.

Tableau 6: Production mondiale de phosphates - 1996-2005 (Millions de tonnes de minerai)

[Source : futura24.voila.net]

| | Etats-unis | Chine | Maroc | Russie | Tunisie | Autres | Monde |
|------------------|------------|-------|-------|--------|---------|--------|-------|
| Phosphate | 39.0 | 23.5 | 23.4 | 10.2 | 7.8 | 33.8 | 137.6 |
| P2O5 | 12.2 | 7.3 | 7.3 | 3.2 | 2.4 | 10.4 | 42.9 |
| U en ppm | 41 à 59 | 31 | 82 | ? | 12 | ? | ? |

I.2.3 Les gisements les plus importants de phosphate :

Les plus importants gisements de phosphate dans le monde se trouvent principalement au Maroc, en Chine et aux Etats-Unis, néanmoins, il existe d'autres gisements importants, notamment en Algérie, dont nous pouvons citer; Ain Barbar à Annaba, Kef Hahouner Azzaba, In Ouzzal Tam Tamanrasset, et bien sur djebel onk Tébessa [7].

Sinon à l'échelle mondiale, nous pouvons citer le bassin des Ouled Abdoun au Maroc qui contient 4 principaux gisements de phosphate [8], considéré comme le plus important gisement dans le pays et parmi les premiers au monde avec des réserves de 37.3 milliards de tonnes [9].

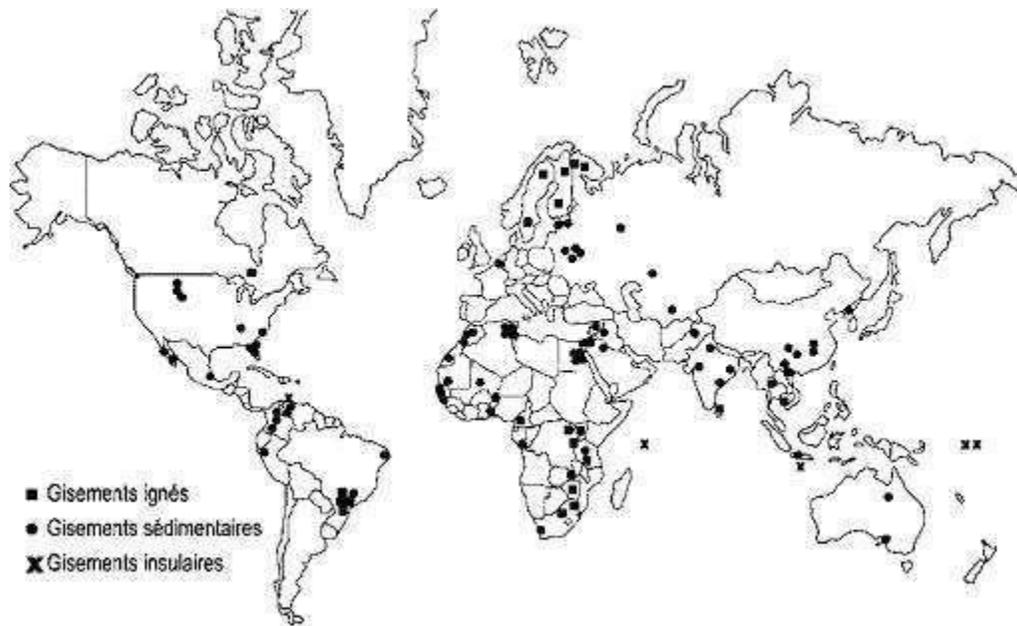


Figure 5: Gisements économiques et potentiellement économiques de phosphates du monde (Source : Fao.org).

I.3 Economie des phosphates :

I.3.1 Le marché du phosphate :

Comme tout autre marché, le marché mondial du phosphate est soumis à la loi de l'offre et de la demande, étant donné l'importance de cette substance dans notre vie quotidienne, et vu les conditions économiques et géopolitiques des pays producteur, le marché du phosphate a connu pas mal de variabilité au fil du temps.

Le marché internationale du phosphate naturel est contrôlé à 70% par les organismes suivant; l'Office Chérifien du Phosphate (Maroc), les firmes russes (Russie), la Jordan Phosphate Mines Ltd (Jordanie), la Compagnie des phosphates de Gafsa (Tunisie) et un groupe de 8 entreprises américaines formant le Phosrock (USA) [10].

L'OCP Marocain, malgré qu'il soit le deuxième producteur mondial du phosphate, il prend la position du leader sur le marché international, Le phosphate brut est la matière première principale intervenant dans le processus de production de l'acide phosphorique qui à son tour est indispensable pour la production des engrais phosphatés.

I.3.2 L'Évolution du marché international du phosphate avant et après la crise de 1973 :

Dans les années 50 de l'ancien siècle, la France et les Etats-unis d'Amérique contrôlent le marché mondial du phosphate en vue de nombre de mines de phosphate situés dans des colonies africaines, plus précisément, au nord du continent. Les deux pays ont opté pour une stratégie d'entente entre eux, ils assuraient la quasi-totalité des exportations mondiales ce qui a permis une stabilité de marché, le prix était stable entre 7 et 8 dollars (valeur actuelle) la tonne [11].

Le Marché du phosphate a connu deux phases d'évolution des prix, la première période entre 1960 et 1967 qui correspond à la stratégie d'entente déjà mentionnée, la seconde période de 1967 à 1973 était marquée par l'effondrement des cours, où l'offre était supérieure à la demande, après l'année 73, le monde a vécu une sécheresse et une saison de mauvaise récolte, ce qui a provoqué une augmentation de demande, suite à cette dernière, le monde vivait une pénurie le OCP a pris donc la décision de relever de 200% le prix du phosphate naturel, et tout les autres acteurs ont suivi le même comportement, donc le prix moyen est passé de 6 dollars à 20 dollars la tonne [12].

Tableau 7 : Évolution des prix de phosphate brut par pays exportateur Mondes en Développement
Vol.31-2003/2-n°122

| | 1970 | 1973 | 1974(1) | 1974(2) | 1975(1) | 1975(2) |
|-------------------|-------|-------|---------|---------|---------|---------|
| Maroc* | | | | | | |
| 75% BPL | 11,75 | 14,25 | 42 | 63 | 68 | 68 |
| 70% BPL | 10,15 | 12,40 | 37,5 | 56,25 | 61,25 | 61,25 |
| Tunisie* | | | | | | |
| 65% BPL | 9 | 11.3 | 35 | 50 | 50 | 50 |
| Togo* | | | | | | |
| 79% BPL | 11 | 14 | 46 | 70 | 75 | 75 |
| USA** | | | | | | |
| 75% BPL | 10,18 | 13,10 | 27,50 | 42 | 55 | 55 |
| 72% BPL | 9,30 | 12 | 25,50 | 38 | 48 | 48 |
| Sénégal* | | | | | | |
| 81% BPL | 12 | 15.50 | 51 | 75 | 81 | 78 |
| Jordanie** | | | | | | |
| 70% BPL | 10 | 12 | 36 | 45 | 59 | 50 |

(1) et (2) : 1er et 2ème semestres - * : f.a.s - ** : f.o.b

BPL (Bone Phosphore of Lime) exprime le taux de phosphore contenu dans le phosphate

Dès 1975, alors que la demande diminuait, de nombreux exportateurs ont dû accorder des rabais et des rabais pour maintenir les parts de marché. Cette baisse des prix a duré deux ans, forçant les exportateurs Africains et ceux du Moyen-Orient à s'entendre à la baisse des prix. Depuis 1977, ce mouvement n'a pas empêché les prix de baisser Le coût de phosphate est inférieur à celui de 1976. L'augmentation des prix a repris en 1978, bien que le marché ait été excédentaire, peut s'expliquer par À travers les stratégies de deux leaders mondiaux du marché : le Maroc et les Etats-Unis. Le Maroc cherche à bénéficier des revenus le plus longtemps possible, dans la mesure où les exportations de phosphate en constituent la source principale. Et les firmes américaines visaient la rentabilité des nouveaux gisements de Floride en remplacement des anciens : ces nouvelles exploitations étant situées plus au sud impliquent des coûts de production plus élevés en raison des contraintes d'environnement.

L3.3 L'évolution du marché de 1979 à 2000 :

Après l'année 1979, les cours ont commencé légèrement à augmenter, jusqu'à l'année 1980, où le prix atteignait 42 dollars, cette période, a témoigné le deuxième choc pétrolier de l'année 1979, et l'accroissement des déséquilibres macro-économiques des principaux pays importateurs, et cette dernière a été aggravée par la hausse des cours du dollars de la période 80-84. Donc par conséquent, les coûts d'exploitation et la diminution des importations à cause du déséquilibre de la balance commerciale des principaux importateurs.

En outre, les bonnes récoltes enregistrées au niveau mondial et l'embargo sur les exportations agricoles vers l'URSS ont eu des répercussions négatives sur le marché du phosphate. Aux USA, la diminution des revenus agricoles et la mise en jachère des surfaces cultivées pour soutenir les cours des produits agricoles ont accentué les déséquilibres offre-demande du phosphate. En effet, toute hausse du cours du soufre se répercute sur celui des engrais phosphatés, avec un effet négatif sur la demande de ces derniers et donc sur celle du phosphate brut. Il en résulte une augmentation de la demande d'acide phosphorique, donc de phosphate brut et par conséquent du cours qui va atteindre le niveau de 44 dollars la tonne métrique en 2000. L'évolution des cours du phosphate brut s'explique par le rapport entre la production et la consommation mondiale du produit. Par ailleurs, la consommation d'engrais peut s'approcher de la demande de phosphate brut. Le marché des engrais fournit en général des informations utiles pour apprécier les effets d'interdépendance entre les marchés de la filière économique du phosphate.

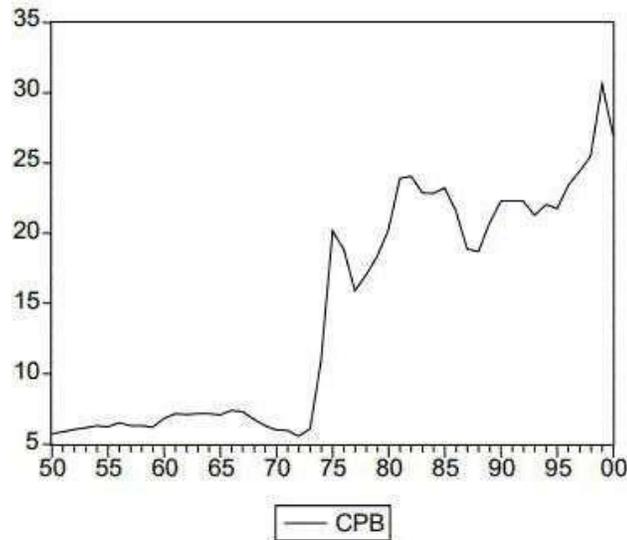
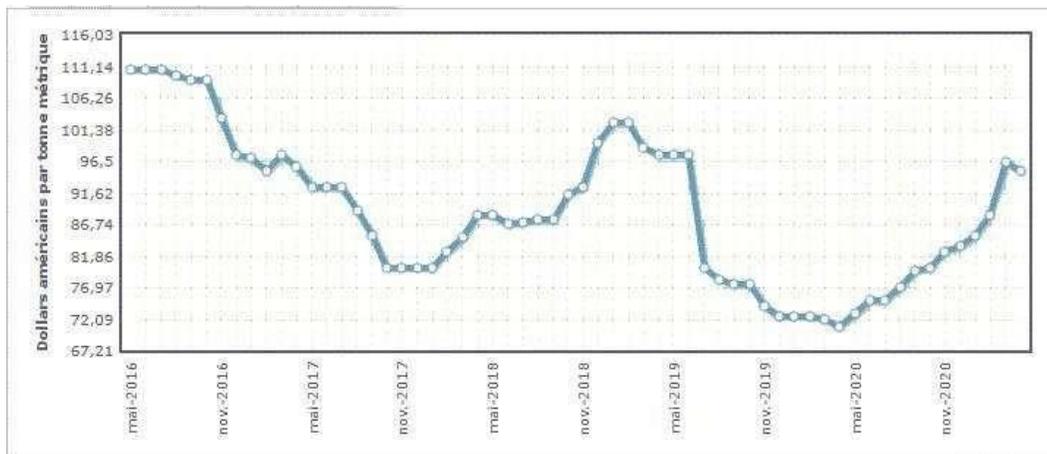


Figure 6 : Évolution du cours du phosphate brut en Dollars US/T.m (1950-2000) selon les statistiques des Nations Unies.

I.3.4 L'évolution du marché de nos jours :

Actuellement, et depuis l'année 2000, les cours du phosphate ont connu une hausse remarquable, où les prix ont vu des augmentations phénoménales en fin 2008 début 2009 où le prix de la tonne métrique a touché les 450 dollars, quelques mois après, les prix ont rechuté jusqu'à 90 dollars la tonne, et depuis le marché a connu des légères variations jusqu'à ce jour.

Nous vous présentons dans la figure 7 les variations des cours de phosphate marocain au cours de ces dernières 5



années :

Figure 7: Phosphate naturel (Maroc), 70% BPL, contrat, fas Casablanca dollars américains par tonne métrique source (Fertilizer Week, Fertilizer International; World Bank).

I.4 Applications industrielles des phosphates :

Le phosphore est un élément indispensable à la vie, le phosphate, la forme minérale du phosphore, est l'ingrédient essentiel de pratiquement tous les engrais, il a été utilisé d'une manière intensive depuis les années 1950, il a permis l'envolée des rendements agricoles, mais il a d'autres utilisations industrielle dans le domaine de l'agro-alimentaire, cosmétique, et même dans l'industrie des armes.

I.4.1 Le phosphate dans le domaine des engrais :

90 % de la production mondiale des phosphates est utilisée dans le domaine des engrais, dans les engrais simples, la teneur du superphosphate simples P_2O_5 ne dépasse pas le 18-20%, Le phosphate naturel moulu comme par exemple l'hyperphosphate, utilisé seul ou parfois dans des mélanges, est le plus employé dans cette industrie, et son utilisation a l'avantage de permettre l'utilisation de minerais à teneur moyenne ou basse. Le phosphate donc joue un rôle primordial dans le processus métabolique des végétaux.

Il existe deux grands types d'engrais phosphatés. Ces produits anti-carenciels répondent aux besoins de tous les types d'agriculture, à savoir l'agriculture conventionnelle et l'agriculture biologique.

- L'engrais phosphaté minéral; Cet engrais phosphaté d'origine sédimentaire est produit de façon chimique par des industries extractives. En effet, sa production nécessite que les gisements naturels des roches soient exploités. Près de 80 % des besoins européens sont fournis par le Proche Orient et l'Afrique du Nord. Comme tout engrais minéral, l'engrais phosphaté est directement assimilable par les plantes. Il répond donc dans un délai court à certains besoins nutritifs des végétaux. C'est ce type d'engrais riche en phosphates qui est utilisé par l'agriculture conventionnelle, c'est-à-dire à grande échelle.
- L'engrais phosphaté organique; il existe aussi l'engrais phosphatés naturels à base de matières organiques comme les os séchés et réduits en poudre par exemple ou encore les déjections de volaille. Ces fertilisants se substituent aux engrais phosphatés chimiques. Tous ces engrais se présentent sous différentes formes : solide, liquide, en poudre, en granulés.

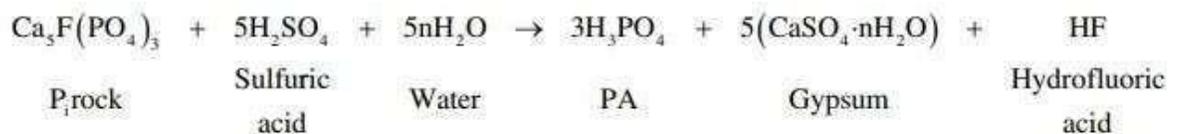
I.4.2 Fabrication à l'échelle industrielle d'acide phosphorique :

Il existe deux procédés différents (c'est-à-dire les procédés par voie sèche et par voie humide) pour la fabrication industrielle de l'acide phosphorique. Dans le procédé à sec, l'acide phosphorique (appelé acide phosphorique thermique) est obtenu par oxydation du phosphore élémentaire généré par la réduction carbothermique de la roche Pi dans un four électrique (Slack 1968).

La pureté de l'acide phosphorique thermique étant élevée, il a une large gamme d'applications industrielles. Cependant, la fabrication du Phosphore élémentaire est intensive en énergie et dépend de l'accès à de l'électricité peu coûteuse d'origine locale, à du phosphate et de charbon. Par conséquent, il est extrêmement difficile de produire du Phosphore élémentaire en raison de la pénurie d'énergie et du manque de ressources.

En revanche, dans le procédé humide, l'acide phosphorique (appelé acide phosphorique humide) est extrait de la roche phosphatée à l'aide d'acides forts tels que l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide sulfurique.

Parmi eux, l'acide sulfurique couramment utilisé dans le monde entier.



[13]

I.4.3 Autres utilisations :

Mise à part ce qui a été mentionné, les phosphates sont utilisés dans des produits de nettoyage, voici les phosphates que l'on trouve le plus souvent dans les produits de nettoyage:

- Tripolyphosphate de sodium (STPP) : Cette forme de phosphate est souvent utilisée dans les détergents automatiques pour la vaisselle et la lessive.

- Pyrophosphate tétrapotassique (TKPP). Ce type de phosphate est utilisé dans des produits spécialisés, tels que les nettoyants pour argent, les détergents et les produits de nettoyage sous forme liquide pour les applications industrielles. Selon la base de données des produits ménagers du ministère américain de la Santé et des Services sociaux, ce produit chimique est également connu sous les noms de pyrophosphate de potassium, acide diphosphorique, sel tétrapotassique et pyrophosphate tétrapotassique.
- Phosphates trisodiques (TSP), Pyrophosphates tétra-sodiques et potassiques: Ce sont les phosphates utilisés dans les produits de nettoyage à usage intensif.

Outre les produits de nettoyage, les phosphates ont un nombre vertigineux d'autres utilisations. On peut les trouver dans les peintures et revêtements à base d'eau, les produits de polissage des métaux, les retardateurs de flamme, les aliments transformés, les produits de soins personnels, les produits pharmaceutiques, etc. Par exemple, le STPP est utilisé pour préserver l'humidité et la saveur des crevettes et du jambon [14].

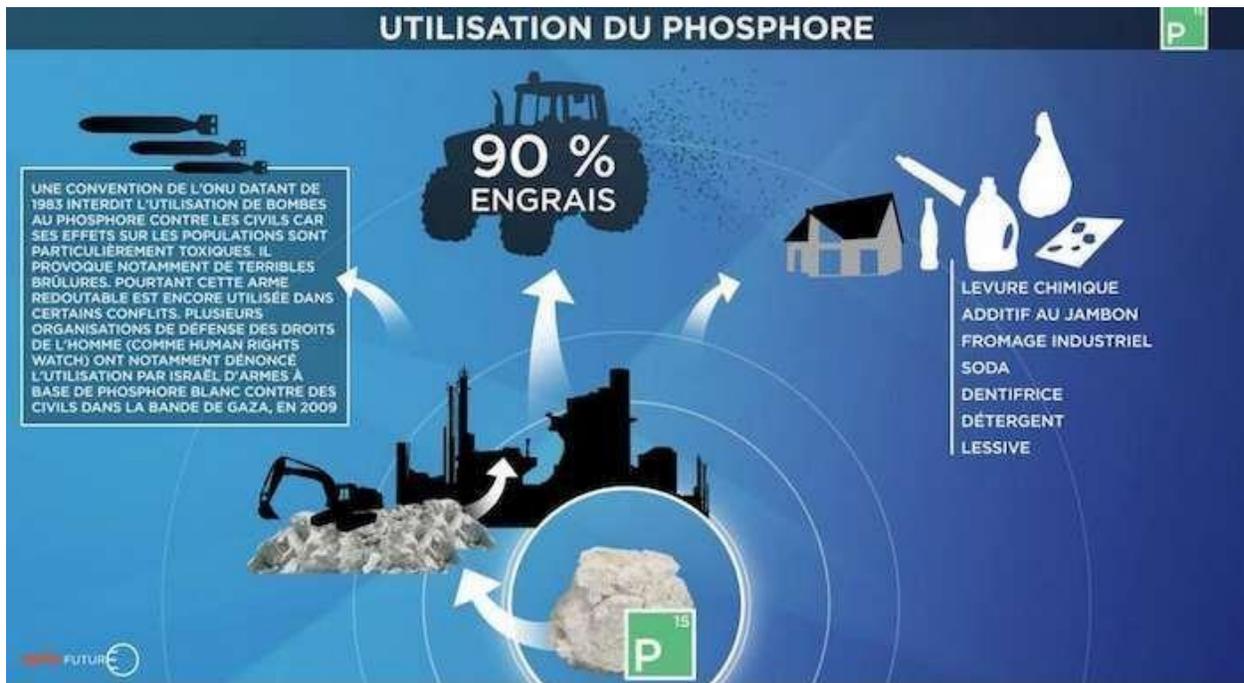


Figure 8: Différentes utilisations du phosphore, source Arte Future.

I.5 Valorisation des phosphates naturels :

I.5.1 Méthodes physiques:

La teneur en P_2O_5 des phosphates naturels dans le tout venant peut être augmentée par élimination de certaines gangues après dépoussiérage, lavage ou flottation.

Un enrichissement peut aussi être obtenu par compactage de certains minerais.

Ce compactage réalise une fragilisation du phosphate naturel en jouant sur les différences de résistance des composants du minerai : les phases tendres sont écrasées et des fissures sont générées en bordure des grains, fissures dues à l'élasticité différente des composants lorsque la pression se relâche.

Ce compactage est suivi de tamisages humides qui permettent de séparer les fractions granulométriques.

Cette fragilisation améliore le rendement des transformations chimiques, comme les attaques acides [15] .

I.5.2 Méthodes chimiques:

Plusieurs techniques peuvent être appliquées afin d'améliorer la réactivité des phosphates (BAUDET et al., 1986), plus précisément l'attaque des phosphates naturels par acidification. Il existe plusieurs techniques d'acidification :

- l'acidification par acide sulfurique donne du phosphate super simple (SSP) titrant 18% de P_2O_5 . Quand l'attaque sulfurique du phosphate naturel est menée jusqu'au bout, on obtient de l'acide orthophosphorique et du sulfate de calcium (appelé phosphogypse dans ce cas). L'acide phosphorique peut être utilisé pour la production d'engrais binaires ou ternaires ;
- l'attaque du phosphate naturel avec de l'acide phosphorique donne du phosphate super triple (TSP) titrant 46 % de P_2O_5 ;
- d'autres attaques dites complexes faisant agir sur le phosphate naturel un mélange d'acides ou d'acides et d'autres produits comme le phosphate mono-ammonique. Par exemple, l'attaque des phosphates naturels avec un mélange d'acide sulfurique et d'urée. Les résultats de ces attaques varient en fonction de la composition chimique et minéralogique des phosphates naturels, de la finesse de broyage, du mode de mélange. Des études sont donc nécessaires chaque fois qu'un gisement nouveau de phosphate naturel (ou qu'une nouvelle couche d'un gisement déjà exploité) doit être mis en exploitation. Cependant, dans certains cas, il n'est pas nécessaire de solubiliser

complètement le phosphate naturel : selon sa composition, la gangue du minerai peut bloquer une grande partie de l'acide apporté pour donner des sous-produits inutilisables. Il est donc parfois possible d'économiser de l'acide en effectuant une attaque partielle du phosphate naturel [16].

Il est important, pour chacun des produits obtenus après ces réactions, de vérifier la part soluble du P₂O₅ total contenu dans le phosphate partiellement solubilisé.

Ces attaques partielles sont caractérisées par le nom de l'acide (ou du mélange d'acides) suivi d'un nombre qui est le pourcentage d'acide utilisé ; 100 représente la quantité d'acide nécessaire pour obtenir une solubilisation totale des phosphates contenus dans le minerai, voici un tableau qui montre les quantités des acides utilisés dans les attaques pour solubiliser le total des phosphates contenu dans un minerai suite à une étude faite en Chine dans les régions de Kunyang et Jinning.

Tableau 8 : Attaques simples ou complexes des deux phosphates naturels bruts du Yunnan. Titres des acides employés (%), quantités de produits ajoutées (kg pour 100 kg de phosphates bruts). Source (B. TRUONG, et D. MONTANGE. “Valorisation des phosphates naturels pour un usage agricole en Chine.” Décembre 1 998.).

| Référence du traitement | Acide d'attaque | Titre (%) | Quantités de réactifs pour 100 kg de phosphate naturel | |
|-------------------------|-----------------|-----------|--|---------|
| | | | Kunyang | Jinning |
| Sulf -30 | Sulfurique | 48.5 | 27.2 | 24.0 |
| Sulf -60 | Sulfurique | 65.3 | 40.3 | 35.6 |
| Phos -30 | Phosphorique | 35.0 | 28.8 | 25.4 |
| Phos -60 | Phosphorique | 45.0 | 44.9 | 39.6 |
| Phos -30 - S Soufre | Phosphorique | 35.0 | 28.8 | 25.4 |
| | | | 4.0 | 4.0 |
| Phos -60 S Soufre | phosphorique | 45.0 | 44.9 | 39.6 |
| | | | 6.0 | 6.0 |
| Sulf - Phos-30 | Sulfurique | 48.5 | 13.6 | 12.0 |
| | Phosphorique | 35.0 | 14.4 | 12.7 |
| Sulf - Phos-60 | Sulfurique | 35.6 | 20.1 | 17.7 |
| | Phosphorique | 45.0 | 22.5 | 19.9 |
| Sulf - Nitr – 30 | Sulfurique | 48.5 | 13.6 | 12.0 |
| | Nitrique | 56.0 | 7.6 | 6.7 |
| Complexe 1 | Sulfurique | 50.0 | 21.0 | 18.5 |

| | | | |
|---|------------|------|------------------------------------|
| MAP Complexe 2 MAP | Sulfurique | 50.0 | 11.0 9.7 21.0 18.5 16.6 14.7 |
| Complexe 3 MAP (NH ₄) ₂ SO ₄ 4% | Sulfurique | 50.0 | 21.0 18.5 11.0 9.7 5.6 4.9 |
| Complexe 4 MAP (NH ₄) ₂ SP ₄ 4% | Sulfurique | 50.0 | 21.0 18.5 16.6 14.6 3.6 3.2 |

I.5.2.1 La calcination :

La calcination est un processus de traitement thermique et chimique, elle consiste à chauffer dans une enceinte fermée un corps inerte, afin de le décomposer et obtenir des réactions chimiques, dans le traitement des phosphates, la calcination a pour but d'éliminer la matière carbonée, après une préparation mécanique (concassage + broyage), les échantillons doivent être broyé finement pour en améliorer sa réactivité, la calcination se fait dans des fours à moufle balayé par un courant d'air avec un programme thermique qui comporte généralement une vitesse d'échauffement linéaire de de 11.67° C/min suivi d'un chauffage isotherme, après ce processus de traitement, le résultat final est la décarbonisation de l'échantillon, et la récupération des phosphates [17].

I.5.2.2 La flottation :

La flottation est un procédé de traitement communément utilisé dans le domaine minier pour séparer les particules du concentré des rejets, autrement dit, c'est un procédé de séparation, ségrégation de mousse à partir d'une phase liquide, fondé sur des différences d'hydrophobicité des surfaces des particules à séparer.

Cette dernière est fondée sur les propriétés de surface et sur les propriétés d'hydrophobie et d'hydrophilie des phases minérales, cette séparation se fait d'un lieu, soit dans une cellule de flottation, ou dans une colonne de flottation, afin de réaliser ce processus, il faut utiliser différents réactifs chimiques, chacun d'entre eux à un but précis dans le procédé de séparation.

- Le collecteur, est un agent tensioactif (surfactant), molécule organique hétéropolaire constituée par au moins une chaîne hydrocarbonée et une tête polaire, qui peut comporter un ou plusieurs groupes salifiants facilement ionisables. Selon que la charge de la tête polaire, après dissociation dans l'eau, est négative ou positive, le collecteur est anionique ou cationique. Il a pour but d'activer les surfaces des minéraux à valoriser pour les rendre hydrophobes. Leur efficacité est liée au pH de la pulpe minérale et à sa concentration

solide. Les surfactants les plus employés sont les acides gras, les amines et leurs sels, les alkylsulfates et alkylsulfonates.

- L'activant, il a pour but de modifier la surface des minéraux de valeur afin de les rendre actifs avant d'ajouter le collecteur.
- Les déprimants sont utilisées pour rendre hydrophiles les phases minérales qu'on ne veut pas récupérer.
- Le moussant, comme son nom l'indique, il permet de créer des mousses, qui diminuent la tension de surface (l'interaction moléculaire d'un fluide) ainsi que la coalescence, ce qui permet de contrôler la taille des bulles et de prolonger la durée de vie de la mousse, il est aussi considéré comme un tensioactifs dont la constitution rappelle celle des collecteurs, puisque ce sont aussi des molécules organiques hétéropolaires appartenant principalement aux familles des alcools et des polyéthers, mais qui ne s'adsorbent pas ou s'adsorbent peu sur les surfaces minérales. D'ailleurs, tous les collecteurs présentent plus ou moins des propriétés moussantes.
- Le régulateur, il a pour but de régulariser le pH de la pulpe avant d'ajouter le collecteur.

La flottation est un procédé qui nécessite une classe granulométrique très fine, inférieur à 250 μm , en même temps elle doit être supérieur à 10 μm car les poussières consomment trop de réactifs et gênent le processus, la flottation est une méthode particulièrement bien adaptée à la séparation des minéraux sulfurés, des oxydes, de la barytine et de la fluorine.

Tableau 9: Principaux minéraux pouvant être séparés par flottation
Extrait de : P. BLAZY, E. JDID, *Flottation*, réf. J3350, Techniques de l'Ingénieur (2000).

| | | | | | |
|-----------------|-------------------------------------|-------------------|---|----------------------------------|---|
| Sulfures | | Smithsonite | ZnCO ₃ | Corindon | Al ₂ O ₃ |
| Galène | PbS | Malachite | Cu ₂ CO ₃ (OH) ₂ | Baddeleyite | ZrO ₂ |
| Blende | ZnS | Cérusite | PbCO ₃ | Oxydes mixtes (spinelles) | |
| Marmatite | Zn _{1-x} Fe _x S | Sulfates | | Chromite | FeOCr ₂ O ₃ |
| Molybdénite | MoS ₂ | Barytine | BaSO ₄ | Ilménite | FeOTiO ₂ |
| Pentlandite | Ni _{1-x} Fe _x S | Anglésite | PbSO ₄ | Silicates | |
| Chalcocite | Cu ₂ S | Célestine | SrSO ₄ | Zircon | ZrSiO ₄ |
| Covellite | CuS | Fluorures | | Wollastonite | CaSiO ₃ |
| Chalcopyrite | CuFeS ₂ | Fluorine | CaF ₂ | Silicoaluminates | |
| Bornite | Cu ₅ FeS ₄ | Tungstates | | Orthose | K(Si₃Al)O₈ |

| | | | | | |
|-------------------|---|-----------------------|---|------------------|---|
| Enargite | Cu_3AsS_4 | Scheelite | CaWO_4 | Albite | $\text{Na}(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_8$ |
| Tennantite | $(\text{Cu}, \text{Fe})_{12}\text{As}_4\text{S}_{13}$ | Phosphates | | Néphéline | $\text{Na}_3\text{KAl}_4\text{Si}_4\text{O}_{16}$ |
| Tétrahédrite | $(\text{Cu}, \text{Fe})_{12}\text{Sb}_4\text{S}_{13}$ | Apatite | $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH}, \text{F})$ | Talc | $\text{Mg}_6(\text{Si}_8\text{O}_{20})(\text{OH})_4$ |
| Pyrite | FeS_2 | Oxydes simples | | Muscovite | $\text{K}_2\text{Al}(\text{Si}_6\text{Al}_2\text{O}_{20})(\text{OH}, \text{F})_4$ |
| Pyrrhotite | Fe_{1-x}S | Magnétite | Fe_3O_4 | Phlogopite | $\text{K}_2(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_6(\text{Si}_6\text{Al}_2\text{O}_{20})$ |
| Mispickel | FeAsS | Hématite | Fe_2O_3 | Biotite | $\text{K}_2(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_{6-4}(\text{Fe}^{3+}, \text{Al}, \text{Ti})_{0-2} \dots (\text{Si}_{16-5}\text{Al}_{2-3}\text{O}_{20})\text{O}_{0-2}(\text{OH}, \text{F})_{4-2}$ |
| Carbonates | | Cassitérite | SnO_2 | Lépidolite | $\text{K}_2(\text{Li}, \text{Al})_{5-6}[\text{Si}_{6-7}\text{Al}_{2-1}\text{O}_{20}](\text{OH}, \text{F})_4$ |
| Calcite | CaCO_3 | Quartz | SiO_2 | Andalousite | $\text{Al}_2\text{O}(\text{SiO}_4)$ |
| Dolomite | $(\text{Mg}, \text{Ca})\text{CO}_3$ | Pyrolusite | MnO_2 | Disthène | $\text{Al}_2\text{O}(\text{SiO}_4)$ |
| Magnésite | MgCO_3 | Rutile | TiO_2 | | |

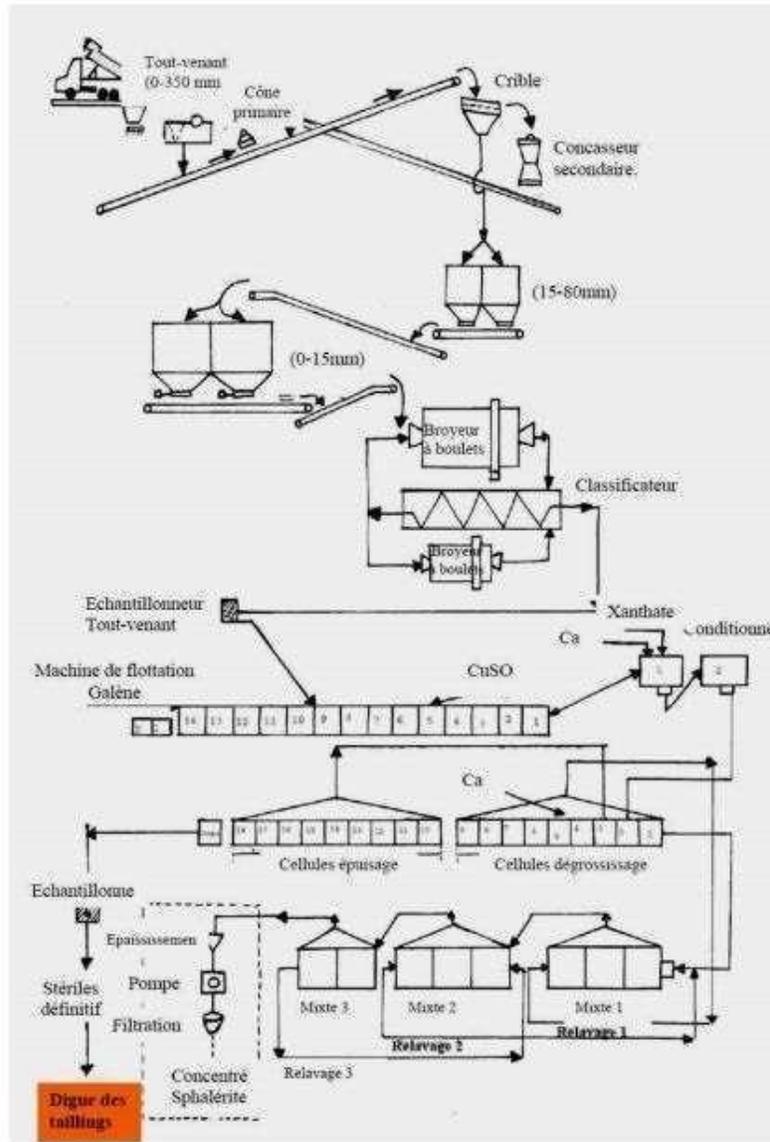


Figure 9: Processus industriel de la flottation.

I.5.2.2.1 La flottation ionique :

Un ion tensioactif “Collecteur” est introduit en solution, avec l’ion flottant, un complexe soluble ou sous-précipitant.

Puis, en passant à travers la solution, une des bulles montantes, le « float-collector », composé hydrophobe, s’absorbe sur elles et remonte à la surface où les bulles sont collectées sous forme de solides, la formation des composés flottables peut résulter d’une association par effet électrostatique sous forme de paires d’ions, par covalence, ou par ces deux processus conjugués. Dans le premier cas, la charge électrique des ions à collecter impose le plus souvent le choix d’un collecteur de charge opposée. Dans le cas des interactions fortes par covalence, la charge

des espèces entrant en jeu pour former le composé qui flotte n'est pas le paramètre fondamental à prendre en compte. Comme en extraction liquide-liquide, on peut alors classer les opérations de flottation ionique selon le type de liaisons mises en jeu. Parfois, l'association « ion à flotter-collecteur » n'a lieu qu'après bullage à l'interface liquide-gaz, surtout dans le cas des solutions aqueuses très diluées [18].

I.5.2.2 La flottation de précipitation :

L'ion à séparer est d'abord précipité par un agent de précipitation inorganique ou organique non tensioactif. Le précipité obtenu est hydrophile et la flottation se fait alors en ajoutant dans la solution un collecteur. Celui-ci va s'adsorber à la surface du précipité pour le rendre hydrophobe et l'ensemble « précipité-collecteur » se fixe à la surface des bulles ascendantes qui traversent la solution pour être entraînées dans les mousses.

Les réactions de précipitation font intervenir le pH pour précipiter des hydroxydes métalliques, ou l'addition d'une espèce minérale ou organique pour former avec l'ion à séparer un sel insoluble : c'est ainsi par exemple que les ions U^{4+} sont respectivement précipités en milieu acide phosphorique par les ions potassium et par les aminophosphates. Notons que le précipité obtenu est toujours hydrophile et ne peut donc pas flotter seul. Ces réactions sont caractérisées, sur le plan thermodynamique, par leur produit de solubilité pK_s 18'.

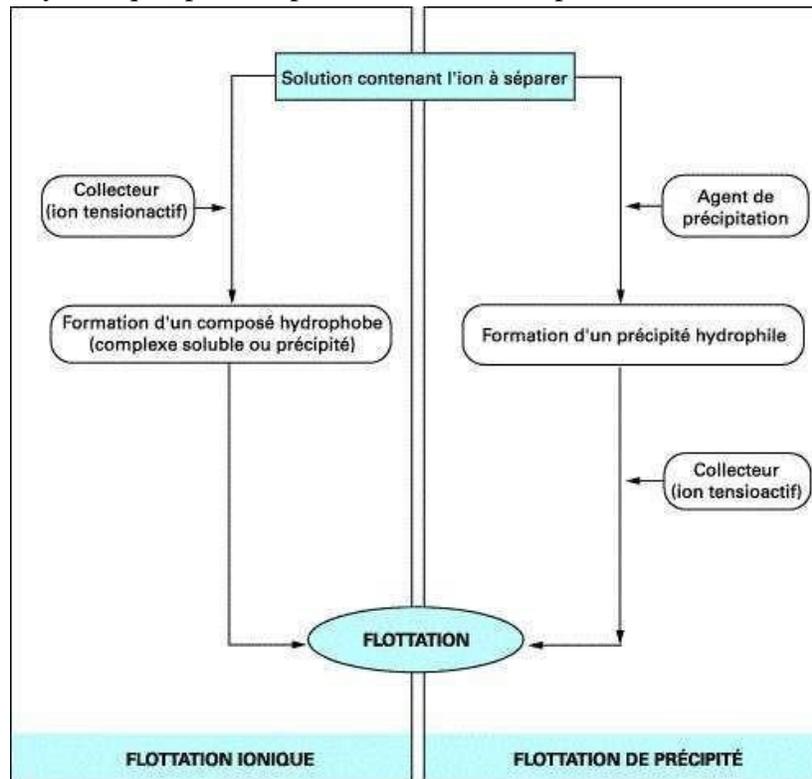


Figure 10: Schéma de principe de la flottation ionique et de la flottation de précipité.

I.5.2.2.3 Paramètres de la flottation :

Les variables affectant la flottation et son activité sont nombreuses, à savoir le pH, la nature et la concentration des espèces à séparer, la nature et la concentration des collecteurs, des ions, ainsi que le mode et le mode d'effervescence thermique.

I.5.2.2.3.1 L'effet du pH sur la flottation :

Le pH du milieu est de loin le paramètre le plus important. Cela peut affecter la nature des espèces ioniques ainsi que la nature du collecteur et le type de flottation.

I.5.2.2.3.1.1 L'effet du pH sur les espèces à flotter :

L'effet du pH sur les espèces à flotter est différent selon le type de la flottation, en flottation ionique, la variation du pH peut modifier le signe de la charge des complexes que forme l'ion à flotter, et ou bien même le nombre de charges que portent ces complexes, il en résulte une inhibition de la flottation lorsque l'interaction de l'ion à flotter.

Quand il s'agit d'une flottation de précipitation, le pH influe sur le potentiel zêta (ζ). La variation de celui-ci peut favoriser ou inhiber le rendement de flottation.

Le potentiel zêta (ou potentiel électrocinétique zêta) représente La différence de potentiel entre la surface de la particule, recouverte d'ions opposés et solidement fixés, et le point de neutralité [19].

Exemple

Pour une flottation ionique, l'uranium (VI) forme dans les milieux acide sulfurique des complexes $UO_2(SO_4)_n^{(2n-2)-}$ (avec $n = 2$ ou 3) ; la charge de ces complexes varie de (-2) à (-4) quand la concentration en acide augmente. Ils sont flottés avec des collecteurs cationiques [20] [21] [22].

Cependant, pour des $pH > 2,5$, il est possible de flotter l'uranium (VI) sous forme UO_2^{2+} avec des collecteurs anioniques [23].

Pour une flottation de précipité à $pH = 6,5$, le précipité $Cu(OH)_2$ présente une surface chargée positivement et flotte avec un collecteur anionique. Quand le pH croît, des ions OH^- viennent se fixer à la surface de ce précipité et la flottation nécessite l'addition d'un collecteur cationique [24].

I.5.2.2.3.1.2 L'effet du pH sur le collecteur :

Le pH intervient dans la nature ionique du collecteur et influe sur la stabilité de celui-ci. À pH acide, les collecteurs anioniques peuvent se protoner et perdre ainsi leur caractère ionique ; par contre, à pH basique, les collecteurs cationiques peuvent s'hydrolyser [25].

I.5.2.2.3.2 L'effet de la nature et concentration des espèces ioniques sur la flottation :

Globalement, la connaissance des propriétés chimiques et électrochimiques des espèces flottantes peut aider à guider le choix du collecteur, dans un premier temps et dans le second, de concrétiser une séparation sélective entre les espèces élément.

Le degré d'oxydation de l'espèce que l'on veut flotter peut être déterminant dans la réussite d'une opération de flottation ionique ou de flottation de précipité. Il affecte plus particulièrement le comportement du collecteur en solution. Ainsi, en fonction de leur degré d'oxydation, les espèces à séparer vont former ou non des complexes avec le collecteur utilisé [25].

I.5.2.2.3.3 L'effet du choix du collecteur sur la flottation :

Quel que soit le type de flottation prévu, il faut introduire un collecteur sous sa forme la plus réactive, une solution miscible à la solution à traiter.

Il arrive qu'il soit insoluble dans le milieu étudié, ce qui ne constitue pas forcément un inconvénient, surtout si l'affinité pour l'espèce flottée est très élevée.

De même, les collecteurs doivent être, dans la mesure du possible, spécifiques des espèces à séparer pour assurer la sélectivité.

Dans le cas d'une interaction électrostatique qui permet à l'entité de flotter, , le collecteur doit porter une charge opposée à la charge de l'ion à séparer, alors que, lorsque l'entité est formée par une réaction covalente, la charge, à la fois du collecteur et de l'ion , ça n'a pas d'importance.

I.5.2.2.3.4 L'effet de la température sur la flottation :

Il est difficile de prévoir l'influence de la température sur le déroulement d'une opération de flottation ionique ou de flottation de précipité. Elle peut affecter :

- les interactions « ions à flotter-collecteur » : dans certains cas on assiste à un effet favorable de la température et, dans d'autres cas, à un effet contraire ;

- la stabilité du collecteur utilisé : par exemple, les hydroxyoximes s'hydrolysent à partir de 60 °C [26].

I.5.2.2.3.5 L'effet du bullage sur la flottation :

Le mode bullage est un paramètre physique important. Des débits de gaz élevés provoquent une turbulence in-solution, entraînant une re-dispersion du flotteur en solution et/ou un entraînement important dans les bulles.

Dans ce dernier cas, la flottation ionique avec formation de précipité avant bullage et flottation peut présenter un avantage par rapport à la filtration directe, si le volume filtré de matière "liquide-solide" constitue l'essentiel de la solution initiale traitée.

Enfin, le fractionnement du flux gazeux dans les bulles de la solution constitue un compromis technologique : le fait que l'interface gaz-liquide soit importante, cela se traduit par la nécessité d'obtenir suffisamment de bulles lisses si possible, de taille similaire à éviter la diffusion des petites bulles dans les grosses bulles.

I.6 Bassin de Djebel Onk :

La région de Djebel Onk est située au Sud-est de l'Algérie, à 100 Km au sud de la Wilaya de Tébessa, Cette région constitue la limite géographique naturelle entre les hauts plateaux constantinois et le domaine saharien.

Le massif de Djebel Onk forme un ensemble calcaire de 20 km de longueur qui culmine à 1198 m d'altitude au Djebel Tarfaya.

Ce massif constitue l'extrémité orientale des monts des Nememcha qui prolongent vers l'Est le massif des Aurès. Les altitudes les plus basses au pied de djebel Onk sont d'environ 635 m [27] [28] [29].

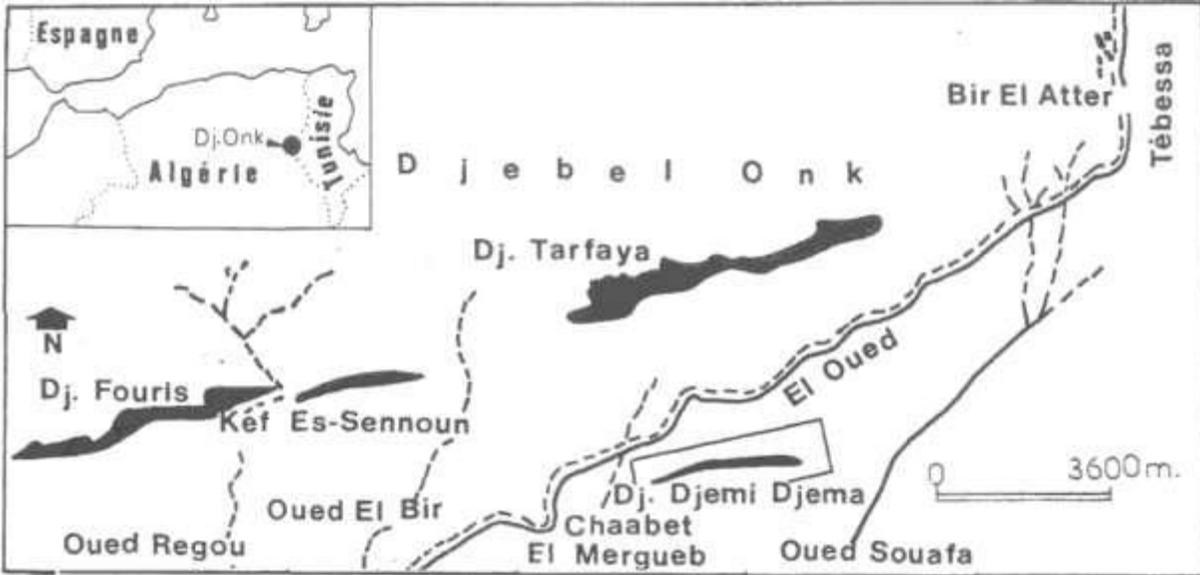


Figure 11: Situation géographique des gisements de phosphate du bassin Djebel Onk, Source H.Mezghache, A. Hani, Typologie chimique des phosphates du gisement de Djemi-Djema- bassin de Djebel Onk (Algérie Orientale) [Article].

I.6.1 Différent gisements de phosphate du bassin de Djebel Onk :

Le bassin sédimentaire de Djebel onk présente une série de sept gisements comme le montre la figure 11.

- A. Le gisement de Djemi Djema exploité depuis 1965 par l'EN Ferphos, il est situé à 7km à l'ouest de la ville de Bir El Ater. Ce gisement a fait l'objet de plusieurs travaux de recherches géologiques dont ceux de VISSE (1947) et CIELENSKI et al. (1988). Il est représenté par une petite colline longue de 2400 m, large de 100 à 200 m et s'élevant de 80 m au dessus de la plaine environnante.
- B. Les gisements de Djemi Djema Est et Ouest: ils se prolongent jusqu'à environ 1 km au Nord Ouest de gisement principal.
- C. Le gisement de Kef Es Sennoun qui fait objet de notre étude, est situé à 2 km de Djemi Djema et à 1km l'extrémité occidentale de la carrière du gisement de Djemi Djema ouest.
- D. Le gisement de Djebel Onk nord: il est situé à 6 km au nord du centre minier de Djemi Djema. Il présente les meilleures ressources en phosphates dans tout le bassin phosphaté de Djebel Onk.
- E. Le gisement de Oued Betita: est le plus éloigné de tous les gisements étudiés, il est situé à 45 km du sud est du centre minier du Djebel Djemi Djema et n'est distant que 2 à 4 km du gîte Midès en Tunisie.
- F. Le gîte de Bled El Hadba: situé à 14 km au sud est des gisements du flanc de Djebel Onk (Djemi Djema et Kef Es Sennoun) et à 6 km de la frontière Algéro-tunisienne. il fait aussi

objet de notre étude, actuellement exploité en carrière par l'Entreprise SOMIPHOS [27][28] [29].

I.6.2 Géologie des gisements :

La région de Tebessa appartient à l'Atlas Saharien oriental, plus exactement au mont de Mellègue, c'est une chaîne montagneuse qui s'étend jusqu'à l'Atlas Tunisien.

A cette région, les formations sédimentaires reconnues à l'affleurement sont principalement carbonatées, leur âge est compris entre le Trias et le Miocène, elles sont recouvertes par des formations superficielles d'âge Quaternaire (Blès et Fleury, 1971).

Le détail lithologique et de sa division stratigraphique sont basés sur la synthèse des travaux de plusieurs auteurs (Dubourdiou 1956 ; David, 1956; Fleury, 1969; Thiéberoz et Madre, 1976; Rouvier, 1977 ; Perthuisot, 1978 ; Chikhi, 1980; Otmanine, 1987; Perthuisot, 1992 ; Bouzenoune, 1993 ; et al)

La figure 12 montre la colonne lithostratigraphique des monts de Mellègue qui résume un peu l'essentiel des résultats de ces travaux.

Otba Khelif

RE.SONA, « Rapport sur les travaux de
d'évaluation sur les phosphates
dans le district minier de Djebel Onk »,
1979.

| | | Lithologie | Epaisseur (m) | Description lithologique | | |
|------------|-------------|------------|---------------|---|--|---|
| CENOZOIQUE | Quaternaire | | ⑥ 10-30 | Dépôts clastiques d'origine continentale. | | |
| | Paléogène | Miocène | | ⑤ 10-150 | Conglomérats à grains variés avec un ciment carbonaté, grès quartzeux et calcaire sableux avec intercalations d'argilites. | |
| | | Eocène | | 200 | Calcaires marneux à silex et intercalations de phosphates par endroits dans le mur. | |
| | CRAÏON | EURE | Maest. | | 250-300 | Calcaires gris clairs, calcaires crayeux et marnes argileuses avec intercalation d'argiles dans la partie supérieure. |
| | | | Campan. | | 500-600 | Marnes argileuses gris-foncées et des calcaires blancs dans la partie moyenne et supérieure. |
| | | SUF | Con-Sant. | | 500-600 | Marnes argileuses grises et grises bleuâtres. |
| | | | Turo | | 180-250 | Calcaires en bancs, partiellement marneux à teinte noire et gris-foncée. |
| | | ZUR | Cénom. | | 900-1000 | Marnes gris-verdâtres et grises dans la partie supérieure, avec intercalations de calcaires marneux. |
| | | | Vracon. | | 500-600 | Marnes et marnes-argileuses avec intercalations de calcaires argileux et argilites. |
| | | EUF | Albien | | 480-600 | Marnes grises et gris-foncées, noires dans la partie supérieure avec de minces intercalations de calcaires argileux. |
| | | | Clans | | 100-200 | Marnes grises, gris-jaunes partiellement avec des intercalations de calcaires. |
| | | | Apûien | | 300-600 | 1- Faciès clastique, marnes argileuses avec intercalations de marnes sableuses et grès calcaires. 2- Faciès carbonaté, calcaires organo-détritiques, bioclastes, ooclastes et interclastes. |
| | | MÉSOSOÏQUE | Barrém | | < 250 | Calcaires et dolomies, argilites et argiles dans la partie supérieure (Grès à Mesloulia). |
| | Jurassique | | | ? | | |
| | Trias | | < 700 | Formations marno-gypsifères bariolées avec peu d'intercalations de grès à grains fins, dolomies et calcaires marno-dolomitique. | | |

Figure 12: Colonne stratigraphique des monts de Mellège (Bouzenoune, 1993).

Le gisement de Kef Essnous se présente sous forme d'un massif calcaireux d'une longueur de 20km avec une largeur de 3km, il est caractérisé par des ailes dans leurs flancs orientés N80°E (Parian et Cortiel, 1993).

Le secteur de Kef Es Sennoun est situé sur le flanc méridional de l'anticlinal de Djebel Onk, à environ 9 Km vers le Sud-Sud de la ville de Bir El Ater (Tébessa Sud). Nous présentons ci-dessous brièvement la géologie du gisement ainsi que la description des faciès des minerais de phosphates [30].

Toute la succession lithologique de Djebel Onk est rencontrée à Kef Essnous, néanmoins, elle se différencie par une épaisseur verticale plus importante du faisceau phosphaté, l'étage géologique Thanétien qui est l'horizon porteur de la minéralisation du phosphate est bel et bien développé dans ce gisement, il est subdivisé en deux étages: le Thanétien inférieur et le Thanétien supérieur.

Le Thanétien supérieur est représenté par une couche de phosphate de couleur grise, gris foncé ou brune ; souvent rattachée à formation Chouabine (Chabou-Mostfai, 1987). Le gîte de Kef Es Sennoun constitue une table monoclinale à pendage régulier et faible vers le Sud (5 à 10°). Les dressants de Kef Es Sennoun correspondent à la zone de flexure-faïlle du flanc inverse de la mégastucture antiforme, ou du flanc Nord de la structure synforme. Les dressants sont allongés N75°E où la couche phosphatée qui affleure est sub-verticale ou fortement inclinée vers le Sud-Est ou le Nord-Sud (Cilensky et Benchernine, 1987). Le faisceau phosphaté du Thanétien supérieur du gisement de Kef Es Sennoun est comme tout le faisceau du phosphate de Djebel Onk, constitué de la superposition de 3 sous-couches (Parian et Cortiel, 1993) voir figure 13 [31].

La première couche en bas la basale, est constituée de deux minces niveaux de minerais phosphatés qui s'interposent avec des marnes.

La couche principale possède une épaisseur d'environ 25 à 30m, composée de minerais de phosphates à faibles intercalations des niveaux marno-calcaire et dolomitique, cette couche est caractérisée par des teneurs élevées en P₂O₅ qui peuvent dépasser 30% et par de faibles teneurs en MgO (<5%) Elle représente l'horizon exploitable dans tous les gîtes de Djebel Onk.

La couche sommitale, cette couche dolomitique et phosphatée a une épaisseur qui varie de 1 à 10m, elle est caractérisée par une faible teneur de P₂O₅ (<18%) par contre, elle a une forte teneur de MgO (6 à 11 %), et les teneurs de SiO₂ peuvent toucher les 6%

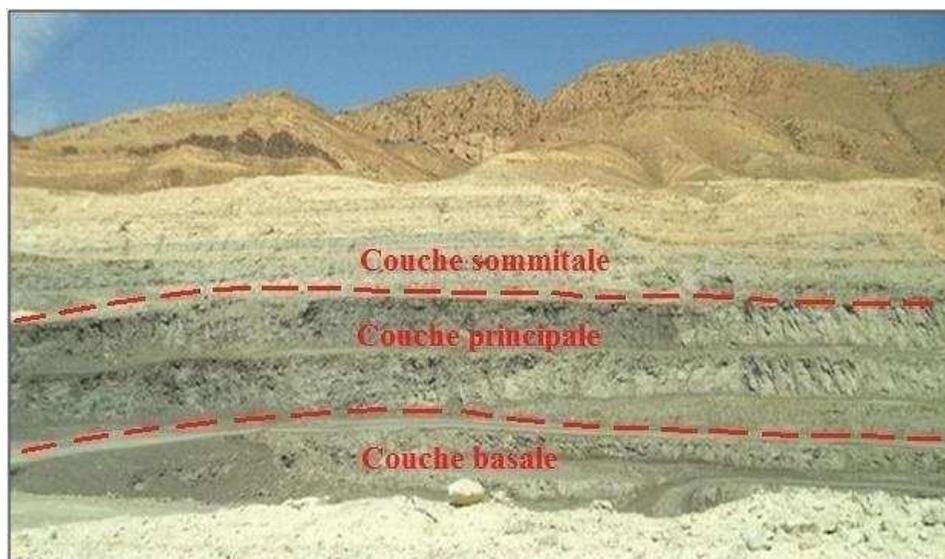


Figure 13: Gisement de Kef Es sennoun (Kechiched, 217).

| Age et épaisseur | Log | Ech. | Faciès. |
|--|-----|----------------------------|--|
| Eocène inférieur Paléocène supérieur (Thanétien Supérieur) 4-6 m Couche Sommitale 25 m to 30 m Couche principale 2 m Couche basale | | ★ ★ ★ ★ ★ ★ | Couche sommitale : Phosphate dolomitique très dure renfermant des niveaux silicifié Couche principale : Phosphate noir et beige, friable, très riche en grains phosphatés, renfermant parfois la glauconie. Couche basale : Phosphate noir marneux à faible fréquence des grains phosphatés |

Figure 14: Log Lithologique du gisement de Kef Es Sennoun (Kechiched, 2017).

I.6.3 Réserve des gisements :

Selon un rapport technique rédigé par le bureau IMC -Montant consulting GmbH qui appartient au groupe allemand TÜV Nord, sur l'estimation des ressources minérales des gisements de Djebel Onk (BLED EL HADBA, KEF SENOUN et DJEMI DJEMA) publié en août 2014, on trouve les tableaux suivant qui résument les teneurs et les tonnages avec une estimation de chaque et de chaque gisement.

Le premier tableau montre l'estimation des réserves mesurées à l'intérieur des concessions pour Djebel Onk Sud (DOS) et BLED EL HADBA (BEH).

Le second et le troisième tableau montrent l'estimation des réserves hors concessions et en globalité respectivement.

Tableau 10: Estimation des ressources mesurées et indiquées à l'intérieur des concessions pour DOS et BEH (Source: Rapport technique sur l'estimation des ressources minérales Djebel Onk Sud et Bled El Hadba, Est de l'Algérie 2014).

| Complexe | Couche | Tonnes [Mt] | Volume [Mm ³] | P2O5 [%] | MgO [%] | CaO [%] | SiO2 [%] |
|------------|--------------|---------------|---------------------------|--------------|-------------|--------------|-------------|
| DOS | Couche 1 | 150.1 | 68.2 | 17.26 | 7.54 | 41.19 | 3.30 |
| | Couche 2 | 1049.0 | 499.5 | 24.92 | 2.85 | 45.51 | 2.17 |
| | Couche 3 | 62.1 | 28.2 | 17.35 | 7.39 | 38.11 | 7.90 |
| | Total | 1261.2 | 596.0 | 23.64 | 3.63 | 44.63 | 2.59 |
| BEH | Couche 1 | 48.4 | 22.0 | 15.49 | 8.39 | 40.02 | 3.80 |
| | Couche 2 | 409.0 | 194.8 | 24.10 | 4.07 | 45.65 | 1.80 |
| | Couche 3 | 115.9 | 52.7 | 19.54 | 5.90 | 41.29 | 4.87 |
| | Couche 4 | 141.6 | 64.4 | 16.89 | 7.71 | 39.46 | 5.08 |
| | Total | 715.0 | 333.8 | 21.35 | 5.38 | 43.34 | 3.07 |

Tableau 11: Estimation des ressources mesurées et indiquées en globalité pour DOS et BEH (Source: Rapport technique sur l'estimation des ressources minérales Djebel Onk Sud et Bled El Hadba, Est de l'Algérie 2014).

| Complexe | Couche | Tonnes [Mt] | Volume [Mm ³] | P2O5 [%] | MgO [%] | CaO [%] | SiO2 [%] |
|------------|--------------|---------------|---------------------------|--------------|-------------|--------------|-------------|
| DOS | Couche 1 | 154.5 | 70.2 | 17.3 | 7.5 | 41.2 | 3.3 |
| | Couche 2 | 1102.6 | 525.00 | 24.9 | 2.9 | 45.5 | 2.1 |
| | Couche 3 | 69.6 | 31.6 | 17.2 | 7.3 | 37.7 | 8.7 |
| | Total | 1326.6 | 626.9 | 23.6 | 3.6 | 44.6 | 2.6 |
| BEH | Couche 1 | 48.5 | 22.0 | 15.5 | 8.38 | 40.03 | 3.80 |
| | Couche 2 | 415.1 | 197.7 | 24.10 | 4.04 | 45.66 | 1.83 |
| | Couche 3 | 117.3 | 53.3 | 19.54 | 5.92 | 41.30 | 4.89 |
| | Couche 4 | 141.7 | 64.4 | 16.89 | 7.71 | 39.46 | 5.08 |
| | Total | 722.6 | 337.4 | 31.37 | 5.35 | 43.36 | 3.10 |

Dans les tableaux suivant, on présentera les teneurs et les tonnages estimés en détail dans chaque gisement.

Tableau 12: Ressources mesurées et indiquées pour DOS par couche (couche sommitale=1, couche principale=2, couche basale=3) à l'intérieur de la concession et en globalité. (Source: Rapport technique sur l'estimation des ressources minérales Djebel Onk Sud et Bled El Hadba, Est de l'Algérie 2014).

| Couche | Classe des ressources | Complexe | Tonnes [Mt] | Volume [Mm ³] | P2O5 [%] | MgO [%] | CaO [%] | SiO2 [%] |
|----------|-----------------------|-----------------|-------------|---------------------------|----------|---------|---------|----------|
| Couche 1 | Mesurées | DjemiDjema | 70.1 | 31.9 | 17.4 | 7.3 | 41.5 | 3.2 |
| | | Kef Snoun | 31.8 | 14.4 | 16.9 | 7.9 | 40.5 | 3.8 |
| | | Tarfaya | 9.0 | 4.1 | 19.6 | 7.0 | 41.1 | 3.0 |
| | | Hors concession | 0.2 | 0.1 | 17.3 | 4.3 | 45.1 | 4.3 |
| | | Mesurées total | | 111.2 | 50.5 | 17.4 | 7.4 | 41.2 |
| | Indiquées | DjemiDjema | 30.7 | 13.9 | 16.7 | 7.9 | 41.3 | 3.2 |

| | | | | | | | | |
|-----------------------|-----------|-----------------|---------------|--------------|-------------|------------|-------------|------------|
| | | Kef Snoun | 5.6 | 2.6 | 16.4 | 7.2 | 41.3 | 2.6 |
| | | Tarfaya | 2.8 | 1.3 | 18.1 | 7.9 | 40.1 | 2.3 |
| | | Hors concession | 4.2 | 1.9 | 17.0 | 7.1 | 42.4 | 2.9 |
| | Indiquées | total | 43.3 | 19.7 | 16.8 | 7.7 | 41.3 | 3.0 |
| Couche 1 total | | | 154.5 | 70.2 | 17.3 | 7.5 | 41.2 | 3.3 |
| Couche 2 | Mesurées | DjemiDjema | 322.3 | 153.5 | 24.7 | 3.2 | 45.1 | 2.3 |
| | | Kef Snoun | 259.6 | 123.6 | 25.7 | 2.5 | 46.1 | 1.6 |
| | | Tarfaya | 76.1 | 36.2 | 22.5 | 2.4 | 44.8 | 2.5 |
| | | Hors concession | 4.6 | 2.2 | 25.1 | 2.6 | 46.1 | 1.5 |
| | Mesurées | total | 662.5 | 315.5 | 24.9 | 2.9 | 45.5 | 2.1 |
| | Indiquées | DjemiDjema | 283.0 | 134.7 | 24.8 | 3.0 | 45.6 | 2.1 |
| | | Kef Snoun | 75.6 | 36.0 | 26.8 | 2.2 | 46.2 | 1.3 |
| | | Tarfaya | 32.5 | 15.5 | 22.7 | 3.0 | 43.3 | 1.9 |
| | | Hors concession | 49.0 | 23.3 | 24.6 | 2.6 | 46.0 | 1.6 |
| | Indiquées | total | 440.0 | 209.5 | 25.0 | 2.8 | 45.6 | 2.3 |
| Couche 2 total | | | 1102.6 | 525.0 | 24.9 | 2.9 | 45.5 | 2.1 |
| Couche 3 | Mesurées | DjemiDjema | 23.1 | 10.5 | 18.3 | 8.1 | 37.4 | 8.5 |
| | | Kef Snoun | 14.3 | 6.5 | 17.0 | 6.4 | 39.4 | 8.2 |
| | | Tarfaya | 0.6 | 0.3 | 16.8 | 9.6 | 32.5 | 7.2 |
| | | Hors concession | 0.9 | 0.4 | 16.0 | 6.9 | 35.0 | 13.2 |
| | Mesurées | total | 38.8 | 17.6 | 17.7 | 7.5 | 38.0 | 7.8 |
| | Indiquées | DjemiDjema | 13.7 | 6.2 | 17.6 | 7.6 | 36.5 | 10.2 |
| | | Kef Snoun | 10.5 | 4.8 | 15.5 | 6.7 | 40.3 | 59 |

| | | | | | | | | |
|----------------------|-----------|-----------------|---------------|--------------|-------------|------------|-------------|------------|
| | | Hors concession | 6.6 | 3.0 | 15.5 | 6.6 | 33.7 | 15.8 |
| | Indiquées | total | 30.8 | 14.0 | 16.4 | 7.1 | 37.2 | 9.9 |
| Couch 3 total | | | 69.6 | 31.66 | 17.2 | 7.3 | 37.7 | 8.7 |
| Total | | | 1326.6 | 626.9 | 23.6 | 3.6 | 44.6 | 2.6 |

Chapitre II : Méthodologie et protocoles analytiques

II.1 Prélèvement et préparation des échantillons:

II.1.1 Homogénéisation et Quartage:

Le tout venant de phosphate de 30 kg environ, provenant du gisement de Kef Snoun est deversé sur une bâche préparée pour les besoins d'un quartage. En premier lieu nous avons effectué une homogénéisation en utilisant la méthode des 24 coups, afin de s'assurer que le mineral utile soit bien distribué dans toute la masse.

Après homogénéisation, cet échantillon est étalé sous forme de cacke et est fractionné en quatre quarts à l'aide d'une petite pelle de laboratoire. Deux quarts (1&3) ont été utilisés pour les besoins des opérations de préparation mécanique et de flottation. Les deux quarts restants (2&4) sont préservés pour être utilisés comme échantillons temoins

II.1.3 Broyage:

S'agissant d'une séparation par flottation, et compte tenu des dimensions du tout venant qui nous a été parvenu du site de Djebel Onk, et nous referant aux différentes études entreprises à travers le monde, nous avons retenu la maille de 160 μm comme reference. Nous avons effectué l'analyse granulométrique du tout venant tel que receptionné où il s'est avéré que plus de 70% du tout venant est d'une classe granulométrique supérieure à la maille de référence. Ce qui nous a amené à broyer notre échantillon à la dimension de choisie,

Nous avons utilisé un broyeur à boulets de lot intermittent en acier, représenté par l'image 1.

Avant d'utiliser le broyeur, nous avons pris soin de le nettoyer avec du sable siliceux, en utilisant un compresseur à air de marque ANEST IWATA.

Nous avons broyé 15 Kg de tout venant que nous avons divisé en 05 lots de 03 kg chacun.

Pour chaque 1 kg d'échantillon, nous avons utilisé 3kg de boulet, ce qui fait, nous avons utilisé 9kg de boulets, avec un temps de broyage estimé à 40 min pour chaque part.



Image 01: Broyeur à boulets de lot intermittent en acier

Après l'opération de broyage et pour les besoins des analyses de caractérisation, nous avons procédé de la même manière au quartage effectué précédemment, en utilisant tout le minerai broyé (environ 15 kgs), pour obtenir un échantillon de 250 grammes environ,

A l'aide d'un échantillonneur automatique de marque Retsch, modèle PT100, illustré par l'image 2, nous avons réparti notre échantillon en 08 lots.



Image 02: Diviseur d'échantillons modèle PT 100 Retsch.

II.2 Caracérisation :

II.2.1 Caractérisation physique :

II.2.1.1 Analyse granulométrique :

Nous avons effectué une analyse granulométrique à l'aide d'une tamiseuse électrique de la marque Retsch modèle AS 200 comme le montre l'image 3.



Image 03: Tamiseuse électrique de la marque Retsch modèle AS 200.

Nous avons utilisé 15 tamis de différentes classes allant de 8 mm jusqu'à 63 μm , l'analyse a été faite sur 3 séries de 4 tamis plus une dernière série de 3 tamis, pour chaque tamis on a estimé 3 minutes de temps d'opération, donc le temps de la série était de 12 min.

L'échantillon mis dans la tamiseuse à un poids de :

- 986 g pour KES.
- 1000g pour BEH.

Les classes granulométriques sont les suivantes : Le choix des tamis a été défini suivant les citères ;

a/ le tamis de tête doit être choisi tel que le % de refus doit être de 5% environ b/ Le module est égal à $2^{0.5}$

c/ les différents tamis utilisés sont les suivants : 8 mm, 5 mm, 4 mm, 3.15 mm, 2mm, 1 mm, 800 μm , 500 μm , 315 μm , 250 μm , 160 μm , 100 μm , 80 μm , 71 μm , 63 μm .

II.2.1.2 Propriétés physiques:

Dans ces essais, nous avons déterminé trois paramètres qui sont la porosité, la masse volumique apparente et la masse volumique absolue

Porosité:

La méthode expérimentale utilisée est basée sur quatre points:

1. On remplit une éprouvette graduée d'un volume de 100 ml avec une masse d'échantillon de 50 g, l'échantillon doit être déshydraté, on notera ce volume V_0 . la deuxième éprouvette est remplie avec 70 ml d'eau, on notera ce volume V_1 .
2. On verse le sol prudemment dans l'eau.
3. Avec la pomme de la main on bouche l'éprouvette contenant le mélange et on agite efficacement et prudemment pour éviter toute perte et un obtenir un mélange convenable.
4. On mesure le nouveau volume qui est noté V_2 obtenu.

La relation utilisée pour calculer la porosité totale est la suivante :

$$P_t(\%) = \frac{(V_0 + V_1) - V_2}{V_0} \times 100$$

Volume absolu :

Dans cet essai, nous avons fait notre mesure à l'aide d'un pycnomètre:

1. On pèse le pycnomètre vide avec son bouchon et on note m_1 .
2. On verse une petite quantité de notre échantillon à l'aide d'un entonnoir et on note m_2 .
3. On remplit le pycnomètre à $\frac{2}{3}$ d'eau avec agitation pour éviter l'emprisonnement des bulles d'air.
4. On laisse décanter.

5. On remplit à nouveau le pycnomètre à son maximum, on remet son couvercle et on essuie les excédents d'eau dans les parois externes du pycnomètre avec un papier ou un chiffon sec et propre.
6. On note m_3 .

La masse de l'échantillon est de : $m = m_2 - m_1$

Le volume d'eau ajouté :

$$V = \frac{m_3 - m_2}{\rho_w}$$

Le pycnomètre est de 100 cm^3 alors la quantité de la poudre est de $V_p = 100 - V$ eau ajouté

Alors le ρ absolue de notre échantillon est :

$$\rho = \frac{m}{V_p} :$$

II.2.2 Caractérisation physico-chimique et minéralogique :

Les principales techniques utilisées dans l'analyse des caractéristiques chimiques d'un matériau marchent avec le principe d'interaction rayonnement matière, dont on distingue trois types de rayonnement:

- Les rayonnements électromagnétiques ou photons comme les rayonnements gamma, rayonnements X et la lumière,...etc.
- Les particules chargées, comme les protons, les particules alpha,...etc.

- Les particules non chargées, comme les neutrons, faisceaux d'atomes ou demolécules,...etc.

Quand un rayonnement passe à travers la matière, il peut y avoir des interactions du type:

A. L'interaction avec l'atome pour un rayonnement dont la longueur d'onde est de l'ordre de la dimension de l'atome, dans la majorité des cas l'interaction se fait avec les électrons atomiques, comme par exemple, l'effet photoélectrique ou l'effet de Compton, on peut avoir aussi la diffraction d'ondes électromagnétique ou de faisceaux d'électrons par un ensemble d'atomes ou cristaux.

B. L'interaction avec le noyau atomique pour un rayonnement de longueur d'ondes de l'ordre de la dimension du noyau, c'est le cas des réactions nucléaires.

C. L'interaction avec les nucléons qui sont les constituants du noyau atomique, neutrons et protons pour un rayonnement d'énergie élevée.

D'une manière générale, chaque interaction a une certaine probabilité de se produire, cette probabilité dépend de la nature et de l'énergie du rayonnement [32].

Les trois méthodes de caractérisations les plus utilisées sont :

- Caractérisation par microscopie électronique à balayage.
- Caractérisation par diffraction des rayons X.
- Caractérisation par spectroscopie infrarouge.

II.2.2.1 Caractérisation par microscopie électronique à balayage MEB :

Ces caractérisations sont réalisées sur des portions de filtre en silice sur lesquels nous mettons notre échantillon, Afin de préserver au maximum l'aspect original des particules, une métallisation, permettant d'éviter les problèmes de charge, de l'échantillon peu conducteur, sous le faisceau électronique, est appliquée aux échantillons, l'appareil utilisé dans ces analyses est un microscope électronique à balayage UHR FE-SEM Hitachi SU 8010 équipé d'un spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie EDS. Les images sont acquises en mode électrons [33].

II.2.2.2 Caractérisation par diffraction des rayons X:

La Diffraction des Rayons X (DRX) est une technique de caractérisation des matériaux cristallisés, qu'ils soient massifs, sous forme de poudre ou de dépôts. En laboratoire, cette technique est principalement appliquée aux matériaux inorganiques : minéraux, métaux, alliages, céramiques....

La caractérisation minéralogique des prélèvements est effectuée par diffractométrie des rayons X, l'appareillage utilisé dans ces analyses est un diffractomètre, les faisceaux de rayons X produits par le tube sont envoyés sur l'échantillon dans lequel ils sont déviés par les atomes. Ces faisceaux diffractés interfèrent entre eux, conduisant à la production d'un signal intense dans certaines zones précises de l'espace. C'est ce signal qui est collecté par le détecteur, et tracé sous forme d'une courbe (diffractogramme) qui présente des pics à des angles bien spécifiques de diffraction. La position de ces pics est une véritable signature de l'arrangement des atomes à l'intérieur d'un cristal (distance entre atomes, entre plans intracristallins) [34].

II.2.2.3 Caractérisation par Fraction des rayons X :

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire globale permettant d'identifier et de déterminer la plupart des éléments chimiques qui composent un échantillon. Cette technique peut être utilisée pour des matériaux très variés : minéraux, céramiques, ciments, métaux, huiles, eau, verres... sous forme solide ou liquide. Elle permet l'analyse de tous les éléments chimiques du Béryllium (Be) à l'Uranium (U) dans des gammes de concentration allant de quelques ppm à 100%, avec des résultats précis et surtout reproductibles.

L'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons X, les atomes constituant l'échantillon passent de leur état fondamental à un état excité. L'état excité est instable, les atomes tendent alors à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, sous forme de photons X notamment. Chaque atome, ayant une configuration électronique propre, va émettre des photons d'énergie et de longueur d'onde propres. C'est le phénomène de fluorescence X qui est une émission secondaire de rayons X, caractéristiques des atomes qui constituent l'échantillon. L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet à la fois de connaître la nature des éléments chimiques présents dans un échantillon ainsi que leur concentration massique [34'].

II.2.2.4 Caractérisation par Microscopie Optique :

Le microscope optique est un système optique à lentilles dont le but est d'obtenir une image agrandie de l'objet observé.

L'objet à observer est placé devant le premier groupe optique appelé « objectif ». Si l'objet est au-delà de la distance focale, cela forme une image réelle renversée de taille différente ; l'image est plus grande que l'objet si celui-ci est situé à une distance inférieure au double de la distance focale de l'objectif. Le deuxième groupe optique du côté de l'observateur est l'oculaire : il est positionné de sorte que l'image soit dans son plan focal. Ainsi, l'œil observe une image « à l'infini » (pour un observateur standard), donc en relâchant les muscles chargés de l'accommodation, offrant un meilleur confort visuel.

Le microscope optique utilisé est de marque Olympus BH2-UMA muni d'une caméra de type AxioCamMRc.

La pétrographie a été étudiée par l'examen de lames minces au microscope utilisant à la fois des lumières transmises et réfléchies. Les pastilles et les coprolithes ont été séparés de leur matrice ; ils montrent des tailles allant de 125 μm à 250 μm .

II.3 Essais de flottation :

II.3.1 Mode opératoire :

Pour l'optimisation des paramètres de la flottation nous avons retenu une classe granulométrique inférieure à 160 μm , nous avons fixé le pH entre 9 et 9.5 sachant que le pH initial de la pulpe était noté à 7.83.

Le matériel utilisé:

1. Une machine de flottation de la marque Denver modèle D12.
2. Une cellule conventionnelle de capacité de 1000 ml.
3. Racleur.
4. Bac de récupération.
5. Bécher.
6. pH mètre.
7. Pipette.

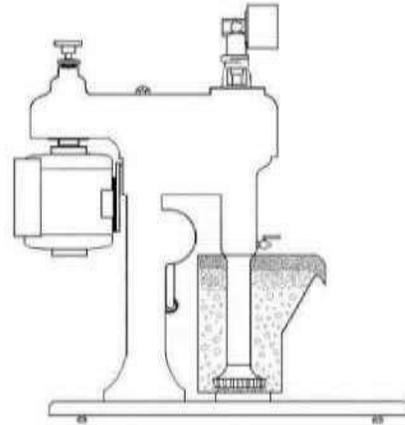


Image 04: Machine de flottation de la marque Denver modèle D12 avec une cellule conventionnelle.

Minerais :

Notre minerais est préparé et broyé à classe granulométrique inférieure à $160\ \mu\text{m}$, la prise d'essai et de 375g par opération, ce qui nous donne un pourcentage de solide de 37.5% , l'agitation de la pulpe prend 10 minutes.

Les essais :

Dans notre étude, nous avons joué sur la variation de deux paramètres qui sont, le dosage du collecteur et le temps de la flottation, à un pH stabilisé entre 9 et 9.5, le schéma de la figure 16 va nous montrer le protocole opératoire que nous avons suivi.

Nous avons utilisé deux différents collecteurs dans notre expérience, il s'agit de l'acide oléique ($\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$) et le dodécylsulfate de sodium ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$), pour faire flotter les phosphates dans la pulpe.

Nous avons utilisé deux différents déprimants, les Silicates de sodium (Na_2SiO_3) et l'acide fluorhydrique (HF) pour rendre les éléments carbonatés hysrophiles.

Nous avons utilisé l'oxyde de calcium appelée aussi la chaux (CaO) comme un régulateur de pH vu son pouvoir neutralisant très puissant.

Pour le moussant, nous avons utilisé l'huile de pin.

Nous avons choisi ces réactifs suite à des études antérieures qui ont montré leur efficacité et pour leur disponibilité au niveau du laboratoire du génie minier de l'école [35].

On a commencé nos essais par mettre 375g de l'échantillon broyé à 160 µm dans la cellule conventionnelle de flottation, puis nous avons rajouté l'eau jusqu'au trait de la cellule, on a mis la machine de la flottation en marche en s'assurant que la vanne de l'air soit fermée, on a laissé en agitation pendant un temps de 10 minutes pour bien assurer la stabilité de la pulpe, après et à l'aide d'un pH mètre, nous avons mesuré le pH de la pulpe en faisant attention à l'électrode pour ne pas la casser, à l'aide d'une seringue, nous avons prélevé un petit volume de la solution de l'oxyde de calcium que nous avons préparé, en les versant doucement et par goutte cette dans la pulpe tout en gardant un oeil sur le pH la solution, une fois notre pH atteint la valeur voulue qui est entre 9 et 9.5, on a laissé la pulpe en agitation pour un temps de 5 minutes.

Nous avons rajouté après un volume bien calculé du déprimant utilisé à l'aide d'une pipette, et nous avons laissé la pulpe en agitation pour 5 minutes, ensuite on a adjoint le collecteur à un volume bien calculé, et on a laissé la pulpe en agitation pendant 5 minutes. On a ajouté une seule goutte d'huile de pin et nous avons laissé la pulpe en agitation pour 1 minute.

On a ouvert la vanne de l'aire pour l'injecter dans la cellule, et on a commencé à racler d'une façon régulière pour une période de 5 minutes. Nous avons récupéré la mousse dans des bacs de récupération.

Nous avons fermé la vanne et ajouté un peu d'eau dans la cellule et on a laissé la pulpe se stabilise pour 5 minutes, nous avons ajouté un volume d'une concentration réduite du collecteur, et nous avons laissé la pulpe en agitation pour 5 minutes, nous avons versé une goutte du moussant et après une minute nous avons injecté de l'aire et on a refait l'opération du raclage pour récupérer la mousse dans des bacs.

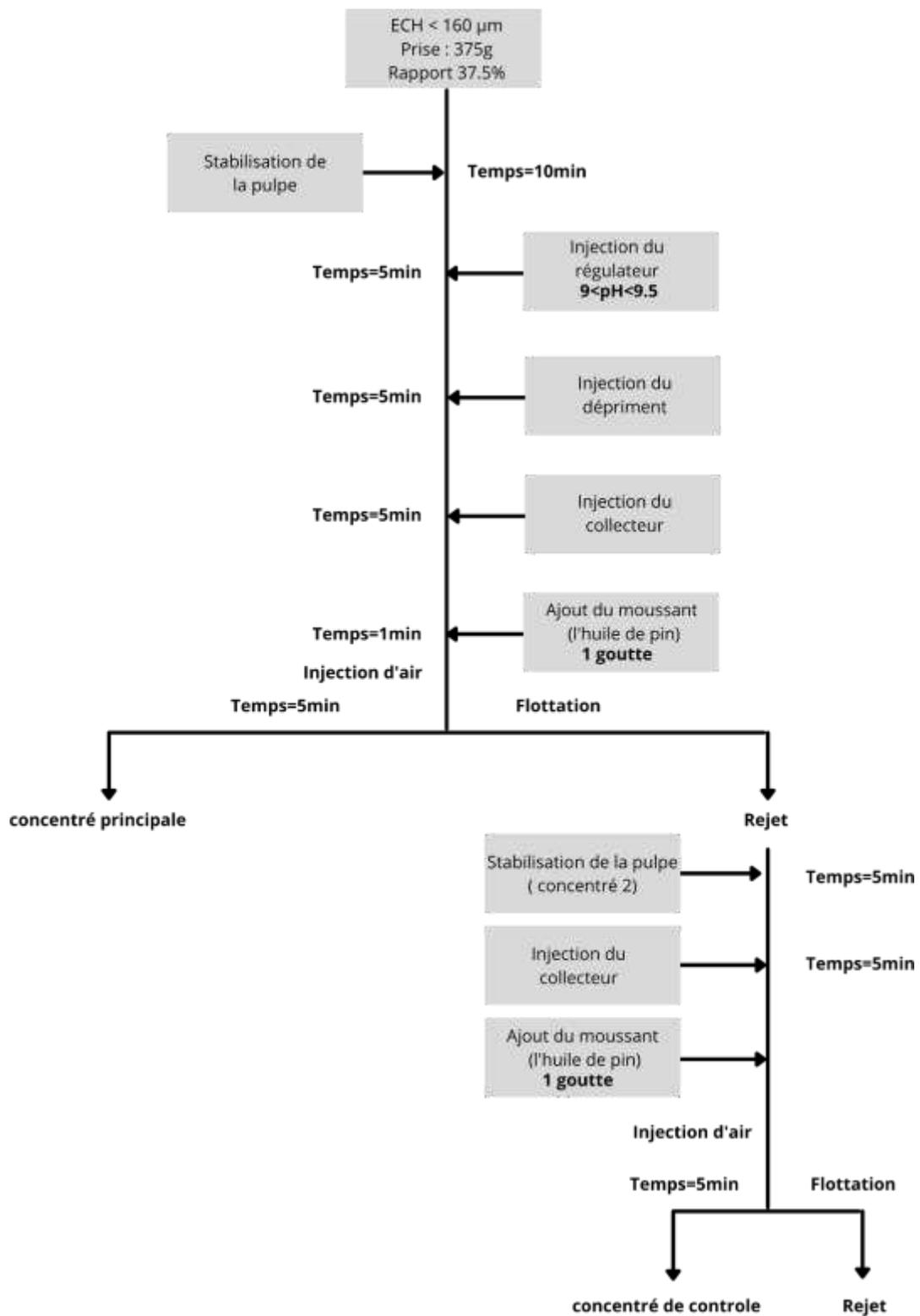


Figure 15 : Protocole de la flottation.

II.3.2 Paramètres de flottation :

Dans cette partie, nous avons étudiés deux paramètres, qui sont, le dosage du collecteur et le temps de la flottation. Nous avons utilisé deux réactifs avec une variation de concentration.

Réactifs

Tableau 13 : Liste des réactifs utilisés lors des différentes opérations avec leurs concentrations.

| Nature du produit | Quantité (g/t) | Concentration de la solution (%) |
|---|----------------|----------------------------------|
| Collecteur Acide Oléique $C_{18}H_{34}O_2$ | 50-400 | 20 |
| Collecteur dodécylsulfate de sodium $C_{12}H_{25}NaO_4S$ | 50-400 | 20 |
| Déprimant Silicates de sodium Na_2SiO_3 | 100 | 10 |
| Déprimant acide fluorhydrique HF | 100 | 10 |
| Oxyde de calcium CaO | N/A | 5 |

II.3.3 Flottation du tout venant du gisement de Kef Esnoun:

II.3.3.1 Variante une :

Pour cette variante nous avons utilisé comme :

- Collecteur: **l'acide oléique**, d'une quantité allant de 50 g/t jusqu'à 400 g/t avec un pas de 50 jusqu'à 200g/t puis un pas de 100 jusqu'à 400g/t;
- Déprimant: **l'acide hydrofluorique** d'une quantité de 100g/t.

Les paramètres sont portés dans le tableau 14 suivant:

Tableau 14 : Les paramètres de la variante 1.

| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation principale (g/t) | Quantité du déprimant (g/t) | Temps de la flottation (minutes) |
|---------------|--|--------------------------------|-------------------------------------|
| 01 | 50 | 100 | 5 |
| 02 | 100 | 100 | 5 |
| 03 | 150 | 100 | 5 |
| 04 | 200 | 100 | 5 |
| 05 | 300 | 100 | 5 |
| 06 | 400 | 100 | 5 |
| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation de contrôle (g/t) | Quantité du déprimant (g/t) | Temps de la flottation (minutes) |
| 01 | 30 | 100 | 5 |
| 02 | 50 | 100 | 5 |
| 03 | 50 | 100 | 5 |
| 04 | 100 | 100 | 5 |
| 05 | 100 | 100 | 5 |
| 06 | 100 | 100 | 5 |

les volumes correspondant aux quantités, sont en Annexe 1.

II.3.2.2 Variante deux :

Pour cette variante nous avons utilisé comme :

- Collecteur, **le dodécylsulfate de sodium**, avec une quantité allant de 50 g/t jusqu'à 400 g/t avec un pas de 50 jusqu'à 300g/t et de 100 jusqu'à 400g/t;
- Déprimant **l'acide hydrofluorique** avec une quantité de 100g/t.

Les paramètres sont portés dans le tableau 15 suivant.

Tableau 15 : Les paramètres de la variante deux.

| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation principale (g/t) | Quantité du déprimant (g/t) | Temps de la flottation (minutes) |
|---------------|--|--------------------------------|-------------------------------------|
| 07 | 50 | 100 | 5 |
| 08 | 100 | 100 | 5 |
| 09 | 150 | 100 | 5 |
| 10 | 200 | 100 | 5 |
| 11 | 250 | 100 | 5 |
| 12 | 300 | 100 | 5 |
| 13 | 400 | 100 | |
| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation de contrôle (g/t) | Quantité du déprimant (g/t) | Temps de la flottation (minutes) |
| 07 | 30 | 100 | 5 |
| 08 | 50 | 100 | 5 |
| 09 | 50 | 100 | 5 |
| 10 | 100 | 100 | 5 |
| 11 | 100 | 100 | 5 |
| 12 | 100 | 100 | 5 |
| 13 | 100 | 100 | 5 |

II.3.2.3 Variante trois :

Pour cette variante nous avons utilisé comme :

- Collecteur, **l'acide oléique**, avec une quantité allant de 100 g/t jusqu'à 400 g/t avec un pas de 100;
- Déprimant **silicates de sodium** avec une quantité de 100g/t.

Les paramètres sont portés dans le tableau 16 suivant :

Tableau 16 : Les paramètres de la variante trois.

| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation principale (g/t) | Quantité du déprimant (g/t) | Temps de la flottation (minutes) |
|---------------|--|--------------------------------|-------------------------------------|
| 14 | 100 | 100 | 5 |
| 15 | 200 | 100 | 5 |
| 16 | 300 | 100 | 5 |
| 17 | 400 | 100 | 5 |
| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation de contrôle (g/t) | Quantité du déprimant (g/t) | Temps de la flottation (minutes) |
| 14 | 30 | 100 | 5 |
| 15 | 50 | 100 | 5 |
| 16 | 50 | 100 | 5 |
| 17 | 100 | 100 | 5 |

II.3.2.4 Variante quatre :

Pour cette variante nous avons utilisé comme :

- Collecteur: **le dodecyl sulfate sodium**, avec une quantité allant de 100 g/t jusqu'à 400 g/t avec un pas de 100;
- Déprimant : Les **silicates de sodium** avec une quantité de 100g/t.

Les paramètres sont portés dans le tableau 17 suivant.

Tableau 17 : Les paramètres de la variante quatre.

| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation principale (g/t) | Quantité du déprimant (g/t) | Temps de la flottation (minutes) |
|---------------|--|--------------------------------|-------------------------------------|
| 18 | 100 | 100 | 5 |
| 19 | 200 | 100 | 5 |
| 20 | 300 | 100 | 5 |
| 21 | 400 | 100 | 5 |
| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation de contrôle (g/t) | Quantité du déprimant (g/t) | Temps de la flottation (minutes) |
| 18 | 30 | 100 | 5 |
| 19 | 50 | 100 | 5 |
| 20 | 50 | 100 | 5 |
| 21 | 100 | 100 | 5 |

Nous remarquons lors des essais que le collecteur Acide Oléique présente une meilleur mousse chargée de particules

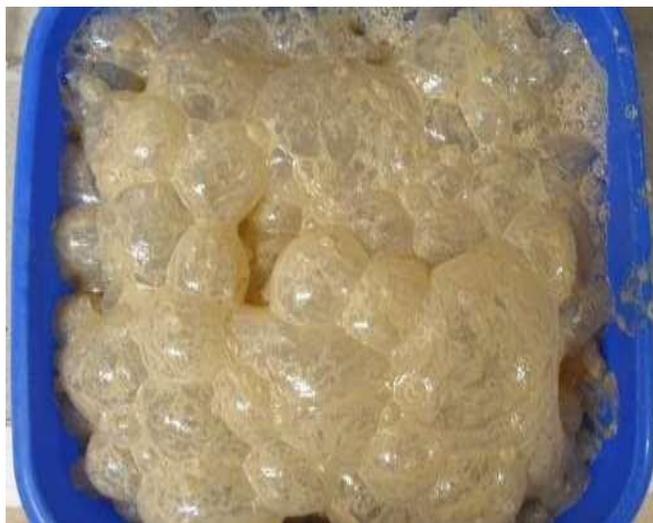


Image 06 : Résultat de la flottation en utilisant l'acide oléique comme collecteur



Image 07 : Résultat de la flottation en utilisant le dodecylsodium de sulfate comme collecteur

II.3.4 Cas de Bled EL Hadba:

II.3.4.1 Variante cinq:

Pour cette variante nous avons utilisé comme :

- Collecteur: l'**acide oléique**, avec une quantité allant de 200 g/t et de 400 g/t;
- Déprimant: les **silicates de sodium** avec une quantité de 100g/t.
- Temps de flottation, 4 min, 8 min,.

Le rapport solide liquide de ces essais est **30%**, nous avons utilisé 300 g d'échantillon dans une cellule de 1000 ml (cela est du au manque d'échantillon).

Les paramètres sont portés dans le tableau 18 suivant.

Tableau 18 : Les paramètres de la variante cinq.

| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation principale (g/t) | Quantité du déprimant (g/t) | Temps de la flottation (minutes) |
|---------------|--|--------------------------------|-------------------------------------|
| 22 | 200 | 100 | 4 |
| 23 | 200 | 100 | 8 |
| 24 | 400 | 100 | 4 |
| 25 | 400 | 100 | 8 |
| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation de contrôle (g/t) | Quantité du déprimant (g/t) | Temps de la flottation (minutes) |
| 22 | 100 | 100 | 4 |
| 23 | 100 | 100 | 8 |

| | | | |
|----|-----|-----|---|
| 24 | 100 | 100 | 4 |
| 25 | 100 | 100 | 8 |

Nous remarquons qu'à partir d'un temps de flottation supérieur à 5 minutes, il ne reste plus d'éléments à flotter et la mousse devient de plus en plus moins chargée en particule comme le montre les images



Image 08 : Résultat après 7 minutes de flottation 200g/t



Image 09 : Résultat après 7 minutes de flottation 400g/t

II.3.5 Opérations auxiliaires :

II.3.5.1 Filtration et séchage :

Après chaque essai de flottation, nous avons récupéré 3 bécher, un pour le concentré principal, un pour le concentré de contrôle, et pour les rejets, nous laissons les béchers décompter afin de pouvoir faire une filtration et enlever l'eau facilement des béchers à l'aide d'une pissette, en créant une dépression entre les deux niveaux piézométriques, celui du point A du bécher et le point B du pissette comme le montre la figure 18. Ensuite, nous avons passé les béchers en étuve pour sécher les échantillons, sous une température de 105°C et pour 24H.

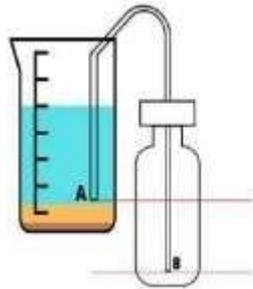


Figure 16: Filtration à l'aide d'une pissette.



Image 10 : l'étuve de séchage

II.3.5.2 Pesée :

Une fois nos échantillons bien séchés et déshydratés, nous avons récupéré le contenu de chaque bécher, et nous l'avons mis dans des petits sacs étiquetés et numérotés.

II.3.5.3 Préparation pour les analyses :

Après avoir pesé nos échantillons, nous avons préparé des petits flacons de 50 ml, destinés aux analyse, nous avons broyé les échantillons séchés à l'aide d'un mortier et d'un pilon pour les rendre sous forme de poudre, nous les avons mis dans les flacons, étiquetés et numéroté.



Image 11: mortier et pilon



Image 12: Flacons d'analyse

Chapitre III : Interprétation des résultats

III.1 Caractérisation physique :

III.1.1 Propriétés physique :

Tableau 19: Propriétés physiques des échantillons.

| Echantillon | Porosité (%) | Volume absolu (g/cmt) |
|--------------------|---------------------|------------------------------|
| KES | 45 | 0.345 |
| BEH | 46.2 | 0.459 |

Avec :

KES : $V_0= 50$ ml $V_1= 70$ ml $V_2= 97.5$ ml.

BEH : $V_0= 50$ ml $V_1= 70$ ml $V_2= 96.9$ ml.

III.1.2 Analyse granulométrique :

Après manipulation nous avons obtenu les résultats suivants qui nous ont permis de tracer une courbe granulométrique représentative de l'échantillon:

Tableau 20 : Résultats de l'analyse granulométrique de l'échantillon KES.

| Grosueur du tamis (mm) | Refus sur tamis (g) | Refus cumulé (g) | Refus cumulé (%) | Tamisats cumulés (%) |
|-------------------------------|----------------------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------------|
| 4 | 52 | 52 | 5.273 | 94.726 |
| 3.15 | 18 | 70 | 7.099 | 92.900 |
| 2 | 15 | 85 | 8.620 | 91.379 |
| 1 | 83 | 168 | 17.038 | 82.961 |
| 0.8 | 16 | 184 | 18.661 | 81.338 |
| 0.5 | 56 | 240 | 24.340 | 75.659 |
| 0.315 | 98 | 338 | 34.279 | 65.720 |
| 0.250 | 439 | 777 | 78.803 | 21.196 |
| 0.160 | 128 | 905 | 91.784 | 8.215 |
| 0.100 | 56 | 961 | 97.464 | 2.535 |
| 0.08 | 4 | 965 | 97.870 | 2.129 |
| 0.071 | 1 | 966 | 97.971 | 2.028 |
| 0.063 | 1 | 967 | 98.073 | 1.926 |
| Total | 967 | | | |

Tableau 21 : Résultats de l'analyse granulométrique de l'échantillon BEH.

| Grosseur du tamis (mm) | Refus sur tamis (g) | Refus cumulé (g) | Refus cumulé (%) | Tamisats cumulés (%) |
|-------------------------------|----------------------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------------|
| 10 | 63 | 63 | 6.3 | 93.7 |
| 8 | 108 | 171 | 17.1 | 82.9 |
| 5 | 33 | 204 | 20.4 | 79.6 |
| 4 | 15 | 219 | 21.9 | 78.1 |
| 3.15 | 13 | 232 | 23.2 | 76.8 |
| 2 | 88 | 320 | 32 | 68 |
| 1 | 319 | 639 | 63.9 | 36.1 |
| 0.8 | 7 | 646 | 64.6 | 35.4 |
| 0.5 | 261 | 907 | 90.7 | 9.3 |
| 0.315 | 43 | 950 | 95 | 5 |
| 0.250 | 29 | 979 | 97.9 | 2.1 |
| 0.160 | 13 | 992 | 99.2 | 0.8 |
| 0.100 | 1 | 993 | 99.3 | 0.7 |
| 0.08 | 0 | 993 | 99.3 | 0.7 |
| 0.071 | 0 | 993 | 99.3 | 0.7 |
| 0.063 | 0 | 993 | 99.3 | 0.7 |
| Total | 993 | | | |



Figure 17 : Courbe granulométrique de l'échantillon du phosphate de KES.

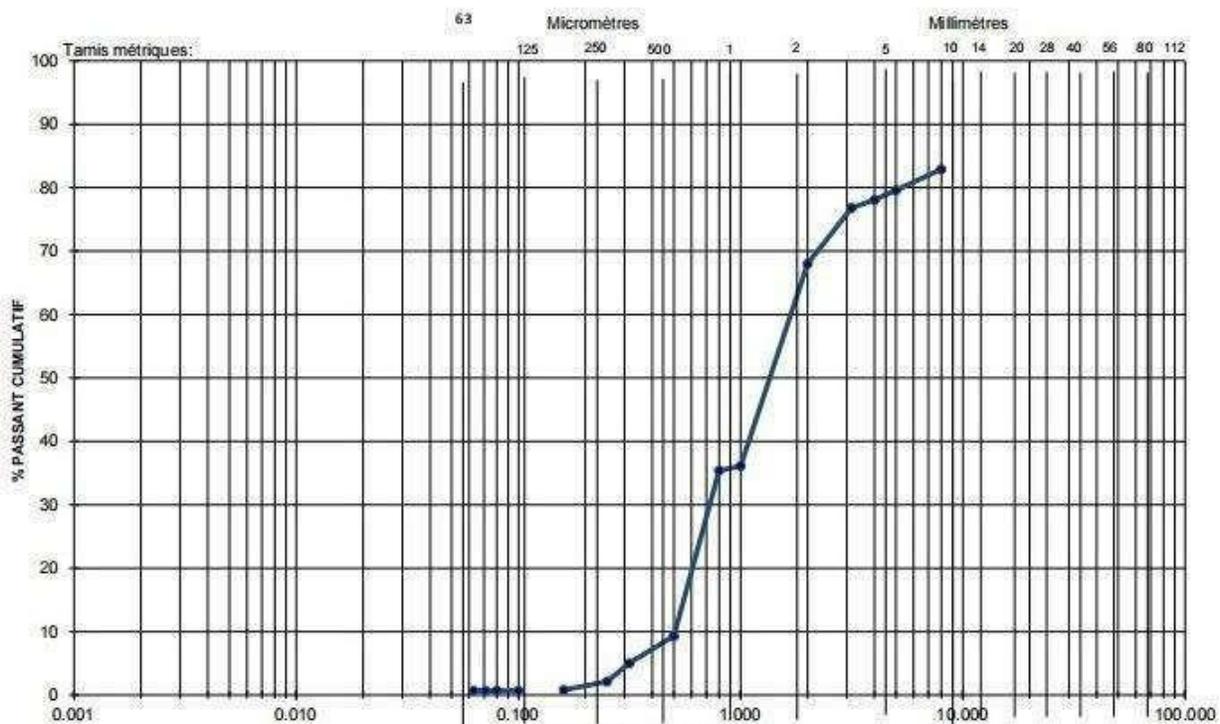


Figure 18 : Courbe granulométrique de l'échantillon du phosphate de BEH.

III.2 Résultats des Analyse Chimiques :

III.2.1 Discussion des résultats du MEB:

Ces figures nous donnent les résultats des analyses effectuées par le MEB sur l'échantillon du phosphore de KES suelement.

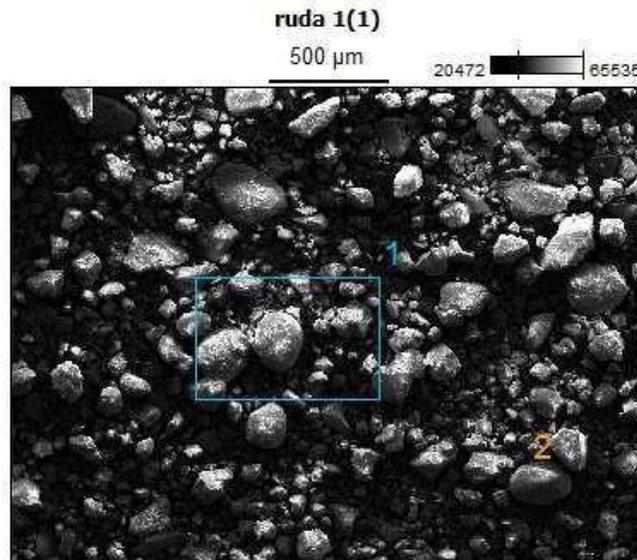


Figure 19: l'image donnée par le MEB de l'échantillon KES Ruda 1(1).

Full scale counts: 4132

ruda 1(1)_pt1

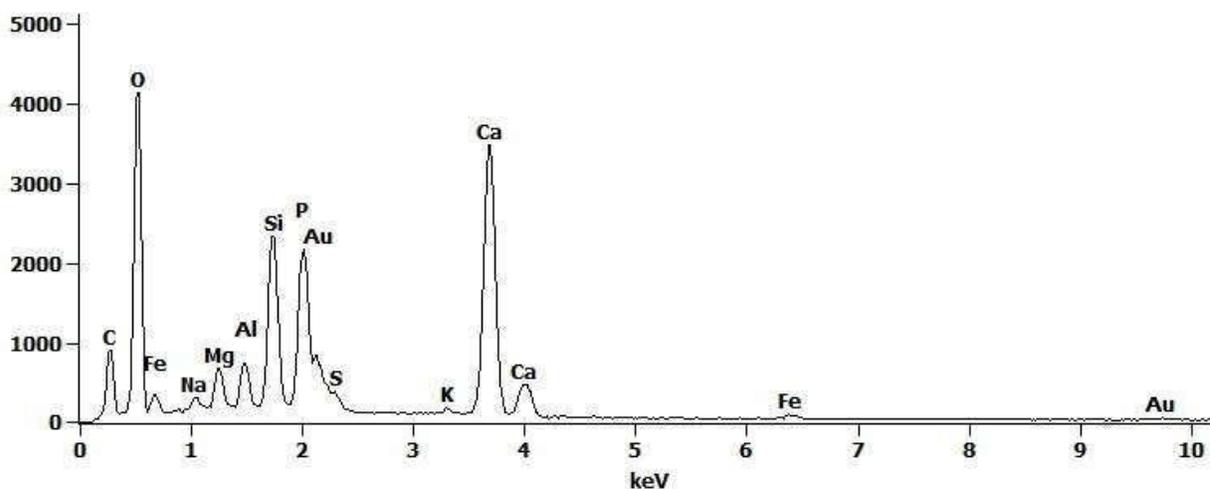


Figure 20: spectromètre à rayon x à dispersion d'énergie de l'échantillon KES Ruda 1 point 1.

Full scale counts: 8918

ruda 1(1)_pt2

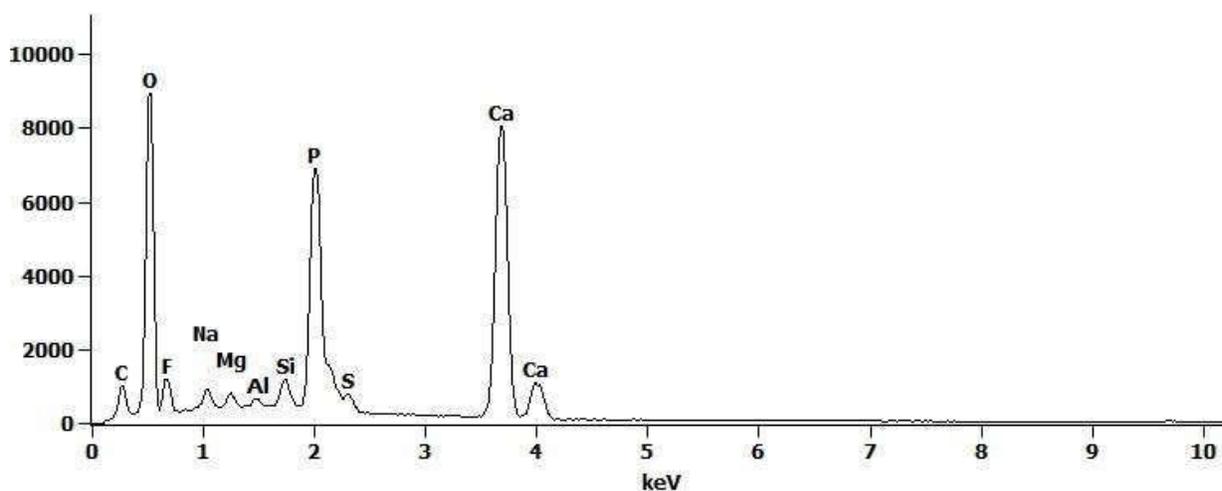


Figure 21: spectromètre à rayon x à dispersion d'énergie de l'échantillon KES Ruda 1 point 2.

Tableau 22: Résultats d'analyse du MEB de l'échantillon KES du Ruda 1(1).

| Ligne d'element | Poids % | Atome % | Formule | Composé % |
|-----------------|---------|---------|---------|-----------|
| C K | 3.9 | 6.6 | C | 3.9 |
| O K | 50.2 | 63.3 | O | 50.2 |
| F K | 8.1 | 8.6 | F | 8.1 |
| Na K | 1.4 | 1.2 | Na | 1.4 |
| Mg K | 0.7 | 0.6 | Mg | 0.7 |

| | | | | |
|--------------|------|------|--------|------|
| <i>Al K</i> | 0.2 | 0.2 | Al | 0.2 |
| <i>Si K</i> | 1 | 0.7 | Si | 1 |
| <i>Si L</i> | --- | --- | (null) | --- |
| <i>P K</i> | 9.6 | 6.3 | P | 9.6 |
| <i>P L</i> | --- | --- | (null) | --- |
| <i>S K</i> | 0.2 | 0.1 | S | 0.2 |
| <i>S L</i> | --- | --- | (null) | --- |
| <i>Ca K</i> | 24.6 | 12.4 | Ca | 24.6 |
| <i>Ca L</i> | --- | --- | (null) | --- |
| <i>Total</i> | 100 | 100 | | 100 |

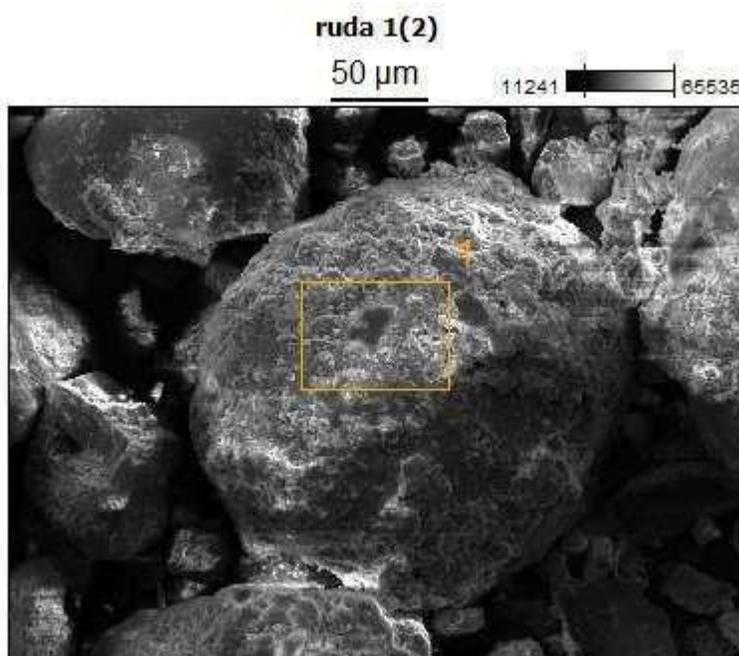


Figure 22: l'image donnée par le MEB de l'échantillon KES Ruda 1(2).

Full scale counts: 6318

ruda 1(2)_pt1

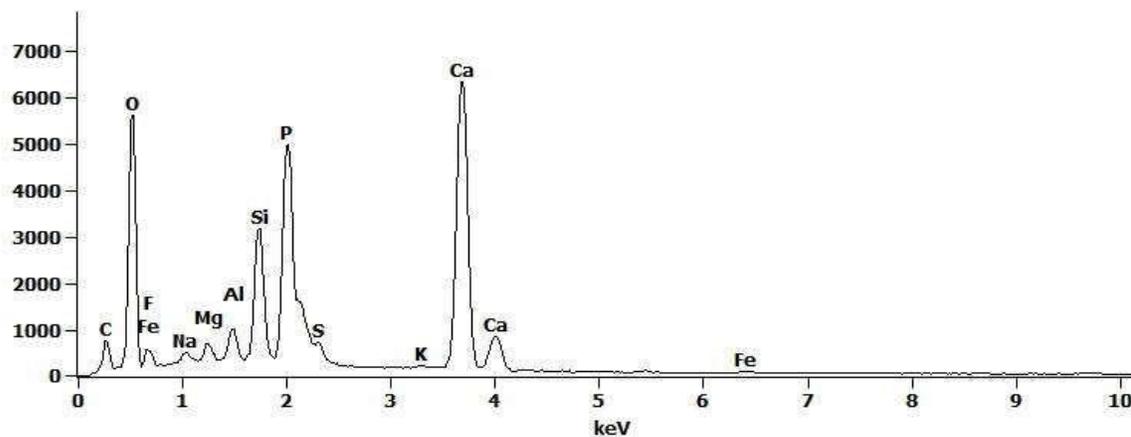


Figure 23: spectromètre à rayon x à dispersion d'énergie de l'échantillon KES Ruda 1(2) point 1.

Full scale counts: 6318

ruda 1(2)_pt1

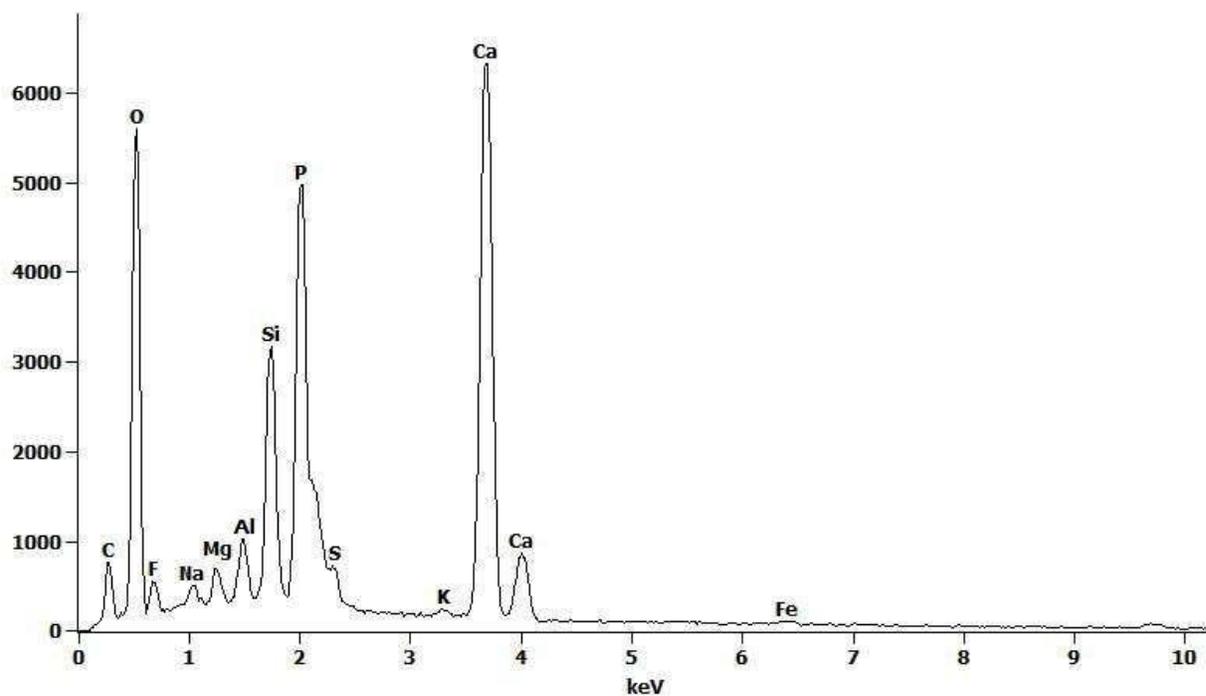


Figure 24: spectromètre à rayon x à dispersion d'énergie de l'échantillon KES Ruda 1(2) point 2.

Tableau 23: Résultats d'analyse du MEB de l'échantillon KES du Ruda 1(2).

| <i>Ligne d'element</i> | <i>Poids %</i> | <i>Atome %</i> | <i>Formule</i> | <i>Composé %</i> |
|------------------------|----------------|----------------|----------------|------------------|
| <i>CK</i> | 4.2 | 7.2 | C | 4.2 |
| <i>OK</i> | 46.8 | 61.2 | O | 46.8 |
| <i>FK</i> | 4.3 | 4.7 | F | 4.3 |
| <i>Na K</i> | 0.9 | 0.8 | Na | 0.9 |
| <i>Mg K</i> | 0.9 | 0.8 | Mg | 0.9 |
| <i>Al K</i> | 1.2 | 0.9 | Al | 1.2 |
| <i>Si K</i> | 5.7 | 4.3 | Si | 5.7 |
| <i>Si L</i> | --- | --- | (null) | --- |
| <i>PK</i> | 9 | 6.1 | P | 9 |
| <i>PL</i> | --- | --- | (null) | --- |

| | | | | |
|--------------|------|------|--------|------|
| SK | 0 | 0 | S | 0 |
| SL | --- | --- | (null) | --- |
| KK | 0.2 | 0.1 | K | 0.2 |
| KL | --- | --- | (null) | --- |
| Ca K | 25.9 | 13.5 | Ca | 25.9 |
| Ca L | --- | --- | (null) | --- |
| Fe K | 1 | 0.4 | Fe | 1 |
| Fe L | --- | --- | (null) | --- |
| Total | 100 | 100 | | 100 |

Après caractérisation et lecture des deux images obtenues par le MEB ainsi que les graphes donnés par l'EDS, nous constatons l'existence dominante des éléments suivants; Oxygène O à une teneur qui varie de 46 à 50%; Phosphore P à une teneur qui varie aux alentours de 9%; Calcium Ca avec une teneur de 25%; avec l'existence remarquable du Fluor F avec une faible teneur entre 4 et 8%. Ces éléments constituent l'une des variables des phosphates hexagonaux, la Fluorapatite $Ca_5(PO_4)_3F$ d'origine sédimentaire.

Nous remarquons également la présence d'autres éléments à l'instar de; Sodium Na; Magnésium Mg; Aluminium Al; Fer Fe; et Potassium K.

III.2.2 Discussion des résultats du Microscope optique :

L'image suivante nous montre le résultat de l'analyse effectuée par le microscope optique qui nous donne une idée sur la pétrographie de l'échantillon du phosphore de BEH.



Figure 25: image de la microscopie optique de l'échantillon BEH

Les examens des lames minces montrent que les principales phosphorites sont composées de particules de formes et de tailles différentes, les pastilles sont arrondies à sub arrondies avec une granulométrie allant de 80 μm à 250 μm , tandis que les coprolithes ont des formes cylindriques à irrégulières avec une granulométrie allant de 250 μm à 1 mm, les particules de phosphate sont cimentées par une matrice carbonatée (phosphorites dures).

III.2.3 Discussion des résultats de la DRX :

Les analyses de la DRX nous ont donné les résultats suivants:

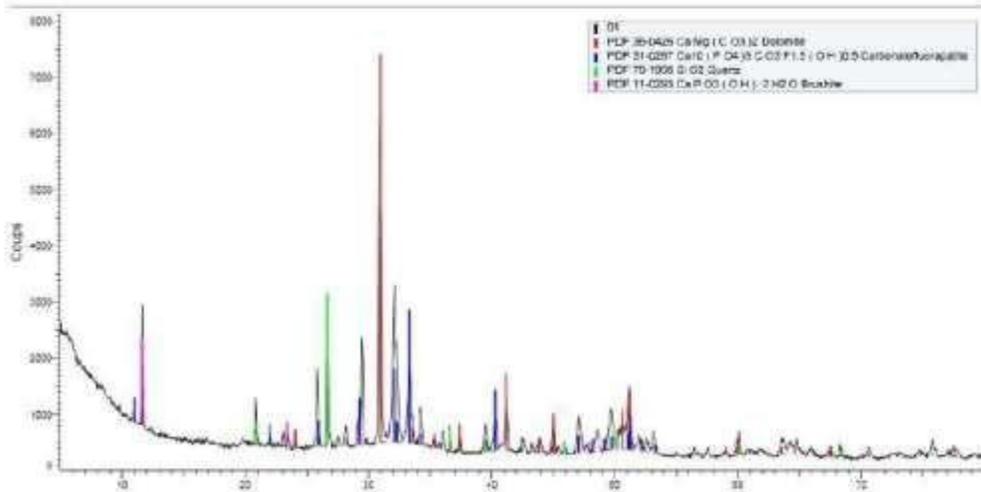


Figure 26: Spectroscopie de la composition minéralogique de l'échantillon de KES.

Tableau 24: la composition minéralogique de l'échantillon de KES

| Nom du composé | Formule | Teneur (%) |
|-----------------------|---|------------|
| Dolomite | $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ | 60.3 |
| Carbonatefluorapatite | $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1.5}(\text{OH})_{0.5}$ | 20.8 |
| Quartz | SiO_2 | 5.0 |
| Brushite | $\text{CaPO}_3(\text{OH})_2\text{H}_2\text{O}$ | 13.9 |

Nous remarquons que notre échantillon de KES est composé majoritairement de Dolomite à une teneur de 60.3% de Carbonatefluorapatite à 20.8% de Brushite à 13.9% et du Quartz à 5.0%

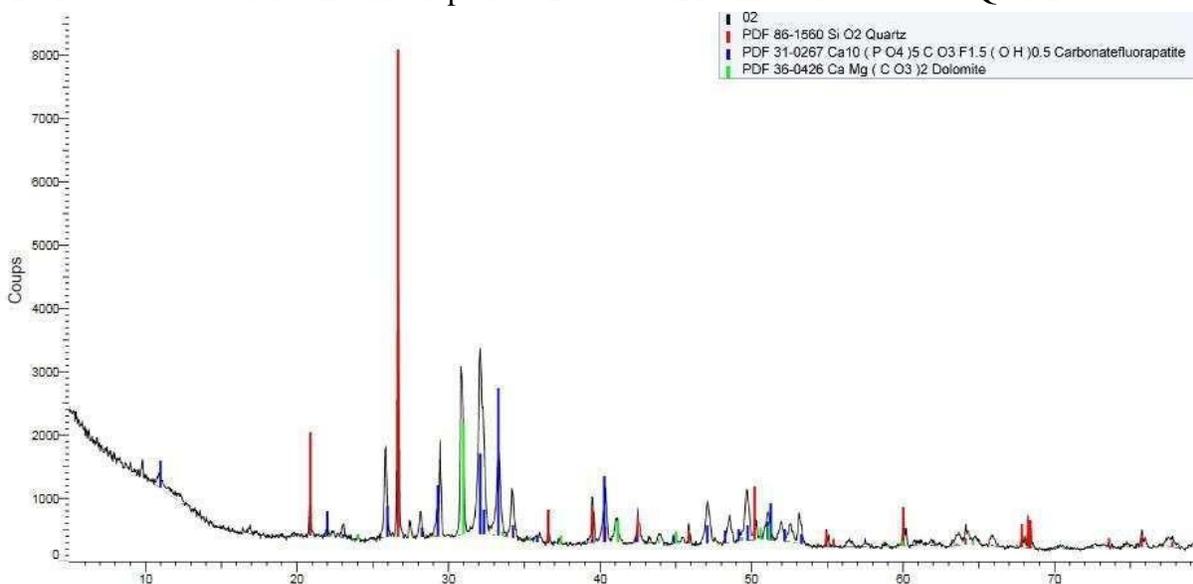


Figure 27: Spectroscopie de la composition minéralogique de l'échantillon de BEH.

Tableau 25: la composition minéralogique de l'échantillon de BEH

| Nom du composé | Formule | Teneur (%) |
|-----------------------|---|------------|
| Dolomite | $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ | 26.5 |
| Carbonatefluorapatite | $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1.5}(\text{OH})_{0.5}$ | 35.1 |
| Quartz | SiO_2 | 38.3 |

Nous remarquons que notre échantillon de BEH est composé majoritairement au contraire du gisement de KES de Quartz à une teneur de 38.8% de Carbonatefluorapatite à 35.1% et de Dolomite à 26.5%

III.2.4 Discussion des résultats de la XRF :

Après avoir passé les échantillons en analyse, nous avons obtenu les éléments présents ainsi que leurs teneurs en ppm ce qui nous a permis à déterminer la teneur du phosphore présent ainsi qu'à identifier la nature de notre échantillon.

Tableau 26: Résultats d'analyse de la XRF de l'échantillon KES tout venant.

| Element | Teneur en ppm |
|---------|---------------|
| Ni | 111,04 |
| Pb | 84,49 |
| Se | 31,33 |
| S | 4370 |
| Mn | 209,27 |
| Fe | 115,97 |
| Zn | 17,07 |
| Sr | 1375,52 |
| Zr | 111,29 |
| Th | 22,33 |
| U | 22,93 |
| Bi | 32,43 |
| Si | 22428,96 |
| P | 42158,27 |
| Cl | 415230,16 |

La teneur du P₂O₅ dans l'échantillon du tout venant est de 19,319% pour l'échantillon du KES

Tableau 27: Résultats d'analyse de la XRF de l'échantillon BEH tout venant.

| Element | Teneur en ppm |
|---------|---------------|
| P | 42158,27 |

La teneur du P₂O₅ dans l'échantillon du tout-venant est de 21% pour l'échantillon du BEH. Donc nous constatons que nos échantillons proviennent des couches qui sont assez pauvres en phosphore d'après l'estimation des réserves que nous avons à notre niveau, comme déjà mentionné dans le tableau 10 .

III.3 Résultats de la flottation:

Après séchage, nous avons mesuré le poids de chaque sacs et l'avons mis dans le tableau suivant :

Tableau 28 : Résultats des essais de la flottation.

| N° de l'essai | Concentré principal (g) | Rendement pondéral (%) | Teneur P ₂ O ₅ (%) | Récup (%) | Concentré de contrôle (g) | Rendement pondéral (%) | Teneur P ₂ O ₅ (%) | Récup (%) | Rejet (g) | Rendement pondéral Total (%) | Récup totale (%) |
|---------------|-------------------------|------------------------|--|-----------|---------------------------|------------------------|--|-----------|-----------|------------------------------|------------------|
| KES | | | | | | | | | | | |
| 01 | 127 | 33.867 | 29.887 | 52.39 | 45 | 7.94 | 23.471 | 13.40 | 173 | 45.867 | 65.79 |
| 02 | 115 | 30.667 | 23.411 | 37.16 | 42 | 7.77 | 26.420 | 11.72 | 206 | 41.867 | 48.88 |
| 03 | 131 | 34.933 | 19.057 | 34.46 | 35 | 6.07 | 21.660 | 6.76 | 189 | 44.267 | 41.22 |
| 04 | 133 | 35.467 | 24.889 | 45.69 | 41 | 7.06 | 24.832 | 10.78 | 194 | 46.400 | 56.47 |
| 05 | 122 | 32.533 | 19.057 | 32.09 | 43 | 7.74 | 18.814 | 7.49 | 190 | 44.000 | 39.58 |
| 06 | 148 | 39.467 | 19.144 | 39.11 | 34 | 5.49 | 18.901 | 5.34 | 191 | 48.533 | 44.45 |
| 07 | 168 | 44.800 | 21.187 | 49.13 | 40 | 5.89 | 20.743 | 6.86 | 147 | 55.467 | 55.99 |
| 08 | 108 | 28.800 | 21.806 | 32.51 | 28 | 5.32 | 19.415 | 5.64 | 212 | 36.267 | 38.14 |

| | | | | | | | | | | | |
|------------|-----|--------|--------|-------|----|--------|--------|-------|-----|--------|-------|
| 09 | 200 | 53.333 | 21.323 | 58.86 | 29 | 3.61 | 18.911 | 4.01 | 122 | 61.067 | 62.87 |
| 10 | 217 | 57.867 | 21.194 | 63.48 | 29 | 3.26 | 19.415 | 3.78 | 122 | 65.600 | 67.26 |
| 11 | 122 | 32.533 | 21.085 | 35.51 | 68 | 12.23 | 18.956 | 12.56 | 181 | 50.667 | 48.07 |
| 12 | 71 | 18.933 | 20.557 | 20.15 | 21 | 4.54 | 18.993 | 4.53 | 271 | 24.533 | 24.68 |
| 13 | 176 | 46.933 | 19.607 | 47.63 | 30 | 4.25 | 19.039 | 4.24 | 170 | 54.933 | 51.87 |
| 14 | 125 | 33.333 | 26.356 | 45.47 | 44 | 7.82 | 22.725 | 11.25 | 204 | 45.067 | 56.73 |
| 15 | 89 | 23.733 | 24.574 | 30.19 | 36 | 7.32 | 19.181 | 7.95 | 250 | 33.333 | 38.13 |
| 16 | 138 | 36.800 | 20.907 | 39.82 | 43 | 7.25 | 18.860 | 7.43 | 189 | 48.267 | 47.26 |
| 17 | 125 | 33.333 | 18.907 | 32.62 | 26 | 4.62 | 18.891 | 4.47 | 224 | 40.267 | 37.09 |
| 18 | 163 | 43.467 | 20.733 | 46.65 | 25 | 3.77 | 18.897 | 3.91 | 186 | 50.133 | 50.55 |
| 19 | 145 | 38.667 | 20.401 | 40.83 | 35 | 5.72 | 19.493 | 5.99 | 188 | 48.000 | 46.82 |
| 20 | 155 | 41.333 | 19.613 | 41.96 | 20 | 3.13 | 18.792 | 3.08 | 186 | 46.667 | 45.04 |
| 21 | 143 | 38.133 | 19.502 | 38.49 | 22 | 3.63 | 18.840 | 3.56 | 200 | 44.000 | 42.05 |
| BEH | | | | | | | | | | | |
| 22 | 105 | 35 | 26.244 | 43.75 | 17 | 5.667 | 23.88 | 4.84 | 175 | 40.667 | 48.59 |
| 23 | 112 | 37.333 | 23.596 | 41.96 | 16 | 5.333 | 22.72 | 3.90 | 170 | 42.667 | 45.86 |
| 24 | 56 | 18.667 | 26.115 | 23.22 | 42 | 14.000 | 23.92 | 13.74 | 166 | 32.667 | 36.96 |
| 25 | 80 | 26.667 | 25.490 | 32.38 | 18 | 6.000 | 22.75 | 5.17 | 195 | 32.667 | 37.55 |

Pour calculer la récupération, nous avons commencé par le calcul de la teneur du P_2O_5 à partir de la teneur du P donné par les résultats de la XRF;

Pour cela nous avons utilisé la loi suivante:

$$T_{P_2O_5} = \frac{T_p \times M_{P_2O_5}}{M_P}$$

Après nous calculons la récupération comme suit:

$$Rec = \frac{T_f \times R_p}{T_i}$$

Avec R_p le rendement pondéral qui est :

$$R_p = \frac{M_{rec}}{M_{int}}$$

Avec Mrec: la masse récupérée après flottation

Mint: la masse initiale de l'échantillon.



Figure 28: Courbe de rendement et de récupération; collecteur acide oléique déprimant HF KES.

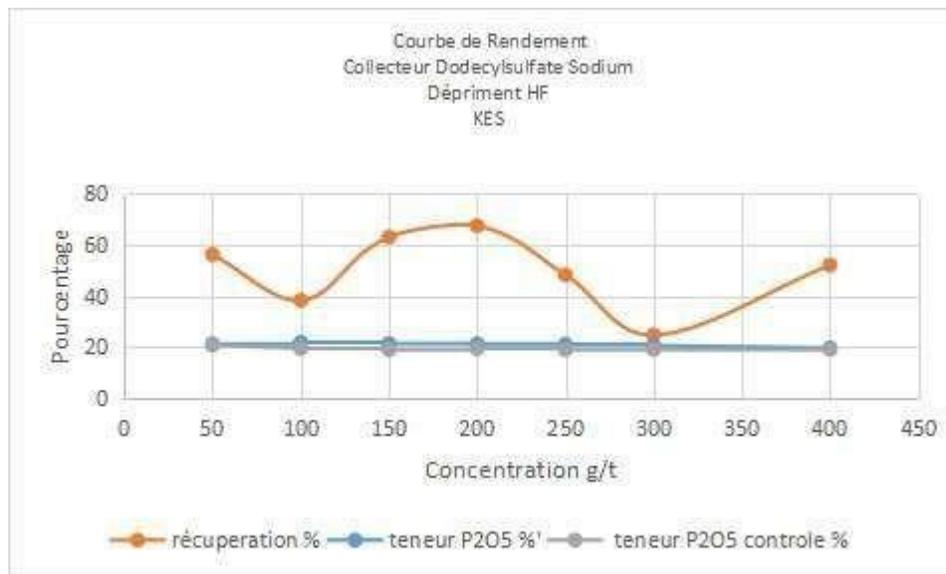


Figure 29: Courbe de rendement et de récupération; collecteur Dodecylsulfate sodium; déprimant HF KES.

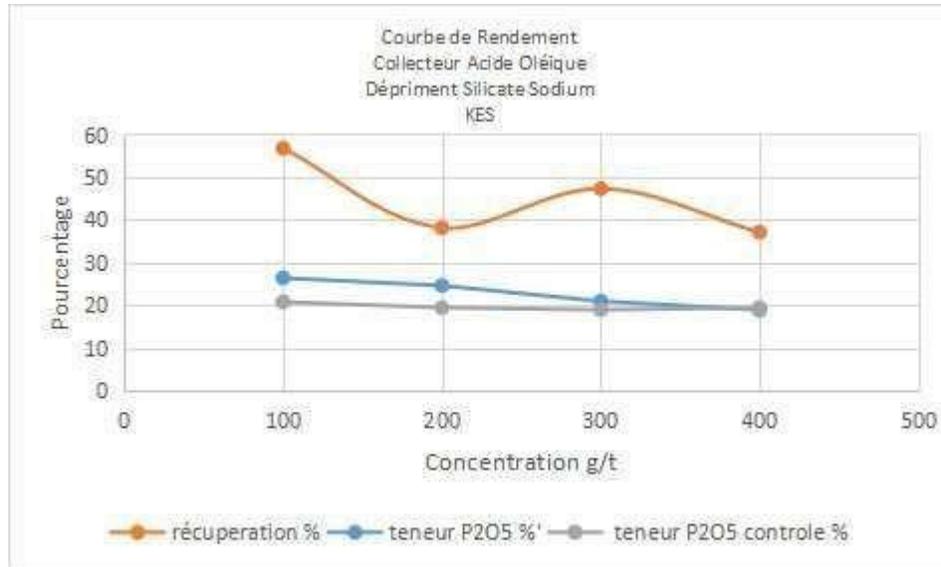


Figure 30: Courbe de rendement et de récupération; collecteur Acide oléique sodium; déprimant Silicate sodium KES.

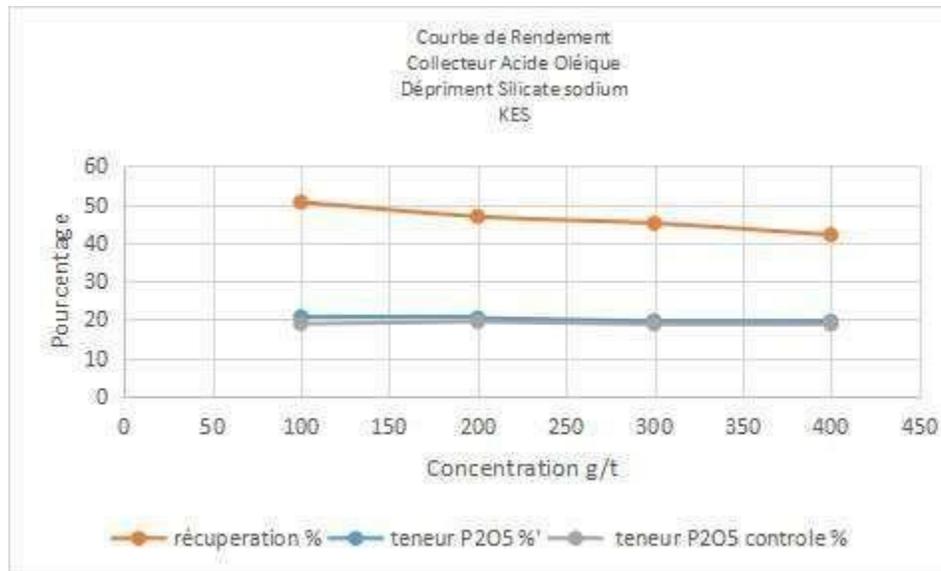


Figure 31: Courbe de rendement et de récupération; collecteur Dodecylsulfate sodium; déprimant Silicate Sodium.

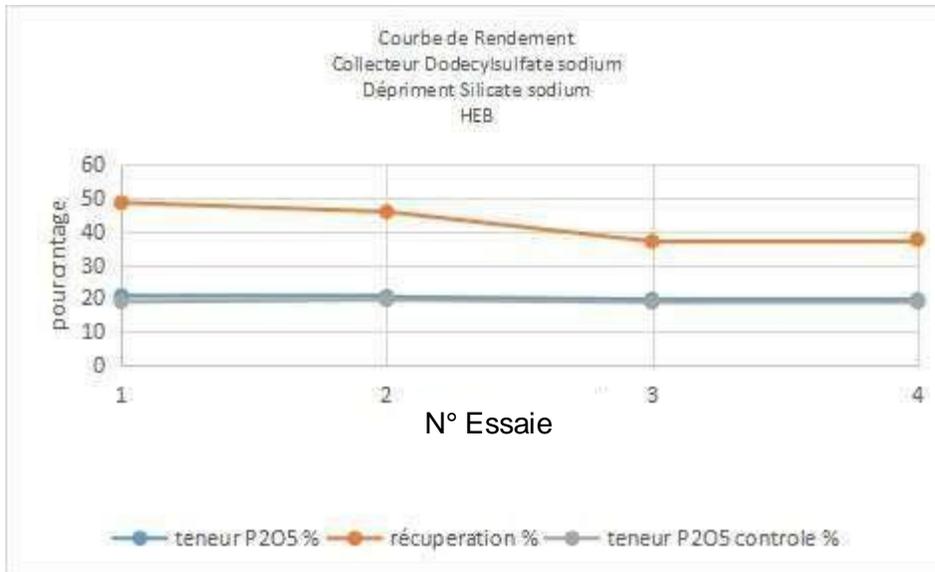


Figure 32: Courbe de rendement et de récupération; collecteur Dodecylsulfate sodium; déprimant Silicate Sodium BEH.

(1: 200g/t 4min; 2: 200g/t 8min; 3: 400g/t 4min; 4: 400g/t 8min).



Figure 33: Courbe de rendement et de récupération; l'ensemble des essais.

Interprétation :

Pour la variante une, nous remarquons que le degré d'extraction (récupération) des différents essais sont un peu proches l'un de l'autre allant de 44% à 56%, pour les quantités du collecteur suivante : 100g/t 150g/t 200g/t 300g/t et 400g/t. À l'exception de la quantité de 50g/t qui nous a donné un degré d'extraction égal à 65,79%, ce dernier représente le plus haut degré d'extraction pour cette variante.

Pour la variante deux, nous notons une variation assez remarquable de degrés d'extraction, de 24% à 67%. Les résultats obtenus pour la quantité de 150g/t et 200g/t de collecteur sont satisfaisants avec un degré d'extraction de 62,87% et 67,26% respectivement. La quantité de 200g/t est l'optimal pour cette variante.

Pour la variante trois, les résultats ne diffèrent pas beaucoup des autres variantes, avec une variation de degré d'extraction allant de 38% à 56%, nous avons un résultat optimal correspondant à la quantité de 100g/t de collecteur.

Pour la variante quatre, nous remarquons une diminution d'extraction quasi proportionnelle, le plus la quantité du collecteur augmente, le plus la récupération diminue, de 42% à 50%. Le résultat optimal correspond à la quantité de 100g/t de collecteur.

Pour la variante cinq, dans cette dernière, nous nous intéressons à l'effet du temps de la flottation sur l'enrichissement du phosphate, nous remarquons que le degré d'extraction de deux variations du temps pour la même quantité de collecteur sont assez proches, pour une quantité de 200g/t la récupération est de 48% et 45% pour un temps de flottation de 4min et 8 min respectivement, et pour une quantité de 400g/t, la récupération est de 36,9% et 37,5% pour un temps de flottation de 4 min et 8 min respectivement.

Conclusion générale :

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'effet de temps de la flottation et du dosage de collecteur sur l'enrichissement du phosphate de Djebel Onk, nous avons effectué 25 essais de flottation en variant le maximum possible ces deux paramètres déjà mentionnés, avec la variation du type de collecteur et de déprimant également, après avoir fait les essais au niveau du laboratoire de génie minier de l'école nationale polytechnique et après avoir fait une caractérisation sur les résultats obtenus et calcul des degrés d'extraction de ces derniers, nous sommes arrivés à la suivante conclusion :

- Le dosage optimal pour l'enrichissement du phosphate de Djebel Onk est de 200g/t pour le collecteur Dodecylsulfate sodium, avec l'acide fluorhydrique comme déprimant à une quantité de 100g/t.

On tient à préciser que lors des essais de flottation effectués au laboratoire, nous avons remarqué que ce collecteur présente une mousse très chargée en particules comparant au deuxième collecteur qui est l'acide oléique.

- Le temps de flottation optimal pour l'enrichissement du phosphate de Djebel Onk est de 4min à 5min, nous avons remarqué lors des essais de flottation effectués au laboratoire, qu'à partir de la 5ème minute de flottation, il n'existe plus de particules flottables et la mousse devient très pauvre en terme de charge de particules de phosphore.

Alors, nous pouvons conclure que l'étude effectuée de l'effet de temps de flottation et le dosage du collecteur a montré que ces deux paramètres sont très influents et que l'optimisation de ces derniers donne de bons résultats.

On recommande alors de tester d'autres paramètres afin de pouvoir passer à l'échelle pilote.

Références:

- 1 : Slansky, M. Disponibilité et besoins futurs en minerais phosphatés compte tenu de la lutte anti-pollution et de nouvelles applications possibles. *Commission des communautés européennes*, 1975.
- 2 : Duval, Jean. LE PHOSPHATE DE ROCHE “Agronome, M.Sc.” Ecological agricultural projects, 1993.
<https://eap.mcgill.ca/agrobio/ab310-05.htm>.
- 3: EL HADADI, Hamid. Les silicifications de la série phosphatée des Ouled Abdoun. Université Hassan II de Casablanca Faculté des Sciences Ben M’Sik, Décembre 2014.
- 4: Slansky, M. Disponibilité et besoins futurs en minerais phosphatés compte tenu de la lutte anti-pollution et de nouvelles applications possibles. *Commission des communautés européennes*, 1975.
- 5: CIM DEFINITION STANDARDS : For Mineral Resources and Mineral Reserves,
[Http://web.cim.org/userfiles/file/cim_definiton_standards_nov_2010.pdf](http://web.cim.org/userfiles/file/cim_definiton_standards_nov_2010.pdf) [archive], CIM Standing Committee on Reserve Definitions, 2010, 4-6 p.
- 6: Jasinski, SM, Mineral Commodity Summaries, U.S. Geological Survey, janvier 2017.
- 7: Zukowski, Matt. “Apatite.” Mindat,
<https://www.mindat.org/min-29229.html>.
- 8: Hamid El-Haddi, Les silicifications de la série phosphatée des Ouled Abdoun (Maastrichtien-Lutétien, Maroc): Sédimentologie, Minéralogie, Géochimie et Contexte Génétique, 2014.
- 9: Benguéir, Phosphates Mine, Morocco.
<https://www.mining-technology.com/projects/>
- 10: MENSAH, Anani. Dynamique et comportements stratégiques sur le marché international du phosphate. De Boeck Supérieur, 2003. page 37.
- 11: Les statistiques des Nations Unies jusqu'en 1966-67.
- 12: Zenaidi Karray, 1987, pp. 113-132.
- 13: Mochiyama, T. “Industrial-Scale Manufacturing of Phosphoric Acid Using Sewage Sludge Ash.” 2019.

- 14: Peltier, Karen. "An Overview of Phosphates and Their Household Uses." The spruce, 2019, <https://www.thespruce.com/phosphate-use-in-cleaning-1707026>.
- 15: B. TRUONG, et D. MONTANGE. "Valorisation des phosphates naturels pour un usage agricole en Chine." Décembre 1 998.
- 16: B. TRUONG, et D. MONTANGE. "Valorisation des phosphates naturels pour un usage agricole en Chine." Décembre 1 998.
- 17: G. BAUDET - G. MORIZOT - P.L HERGIBO - M. LORANG. VALORISATION DES MINERAIS DE PHOSPHATES FRANÇAIS. Département minéralurgie B.P. 6009 - 45060 Orléans Cedex, 1980.
- 18: Pierre BLAZY, El-Aid JDID. Flottation - Mécanismes et réactifs. 10 juin 2000.
- 19: Alain Le Hir, Bonnes pratiques de fabrication des médicaments - Abrégés de pharmacie galénique 2007.
- 20: ABRENOVIC (R.) - Ion flotation of uranium from diluted solutions. 2019.
- 21: JUDE (E.) - Recovery of uranium compounds in mine water by ion flotation, 1986.
- 22: SHAKIR (K.) - Studies on the low gas flow-rate separation of uranium (VI) from sulfate media, 1973.
- 23: UDE (E.) - Recovery of uranium compounds in mine water by ion flotation, 2004.
- 24: INFOLD (T.A.) - Adsorptive bubble separation techniques.
- 25: SEBBA (F.) - Ion flotation, 1959.
- 26: JDID (E.A.) - Flottation ionique en milieux acides concentrés. Nouveaux procédés de récupération de l'uranium et d'élimination du cadmium contenu dans l'acide phosphorique industriel.
- 27: RE.SONA, « Rapport sur les travaux de prospection et d'évaluation sur les phosphates dans le district minier de Djebel Onk », 1979.
- 28: G.Duchatelle, « Minerai de phosphate de Djebel Onk, carrière de Djemi Djema.Etude minéralogique », Rapp. interne CERPHOS, 1975, p 55.
- 29: R. Chaabia, M. Bounouala, « analyse du processus d'enrichissement de minerai de phosphate et choix d'un schéma de traitement des rejets « cas de Djbel Onk » Wilaya de Tebéssa- Algérie », Laboratoire de Ressources Naturelles et Aménagement, Université Badji Mokhtar Annaba, 2013.
- 30: NETTOUR Djamel. Caractérisation et élaboration d'un nouveau schéma de traitement des minerais de phosphate beige, cas de la mine de Djebel Onk, Tébessa. 2018, page 36.

31: NETTOUR Djamel, Caractérisation et élaboration d'un nouveau schéma de traitement des minerais de phosphate beige, cas de la mine de Djebel Onk, Tébessa. Thèse de doctorat, 2018.

32: Belbachir Ahmed Hafid, Interaction rayonnement matière, Université des sciences et de la technologie d'Oran, faculté de physique.

33: , N. Guigues, E. Petelet, A. Seron, Caractérisation chimique, minéralogique et isotopique de la pollution atmosphérique particulaire dans le milieu urbain de l'agglomération. Janvier 2002.

34: Laboratoire interdisciplinaire des environnements continentaux.

<https://liec.univ-lorraine.fr/content/fiche-diffraction-rayons-x>.

34': Valérie Thirion-Merle. Spectrométrie de fluorescence X. Circulation et provenance des matériaux dans les sociétés anciennes, Editions des archives contemporaines, 2014, Collection Sciences Archéologiques, 9782813001634. fhal-01393984f.

35: H. Sis. s. Chandler I minerals engineering 16 (2003) 577-585

Annexe 1

Tableau 1 : Les paramètres de la variante 1.

| N° de l'essai | Quantité du collecteur de la flottation principale (g/t) | Volume du collecteur de la flottation principale (ml) | Quantité du déprimant (g/t) | Volume du déprimant (ml) | Quantité du collecteur de la flottation de contrôle (g/t) | Volume du collecteur de la flottation de contrôle (ml) | Temps de la flottation (minutes) |
|---------------|---|--|--------------------------------|-----------------------------|--|---|---|
| 01 | 50 | 0.093 | 100 | 0.375 | 30 | 0.056 | 5 |
| 02 | 100 | 0.187 | 100 | 0.375 | 50 | 0.093 | 5 |
| 03 | 150 | 0.281 | 100 | 0.375 | 50 | 0.093 | 5 |
| 04 | 200 | 0.375 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |
| 05 | 300 | 0.562 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |
| 06 | 400 | 0.750 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |

Pour calculer le volume du collecteur et du déprimant à prélever, nous devons calculer l'équivalent de la concentration de ces derniers dans notre échantillon.

Nous notons:

C la concentration du collecteur,

M la masse de l'échantillon,

m la masse du collecteur,

$$m = M \times C$$

Prenons le 1er essai comme exemple,

$$C = \frac{50}{10^6} \text{ et } M = 375g.$$

$$m = C \times M = \frac{50}{10^6} \times 375 = 0.01875g$$

Maintenant nous calculons le volume, notons le rapport entre le volume de la solution du collecteur préparée et la masse du collecteur mise dans la solution R.

$$R = \frac{Vc}{mc}$$

Le V à prélever est: $V = m \times R$

Toujours dans notre exemple, la concentration de notre solution d'acide oléique est 20%, ce qui veut dire dans chaque 100 ml de la solution, la masse de l'acide oléique est 20g, et avec m qu'on a trouvé plus haut.

Le volume à prélever est :

$$V = m \times R = 0.01875 \times \frac{100}{20} = 0.093ml$$

Tableau 2 : Les paramètres de la variante deux.

| N° de l'essai | Concentration du collecteur de la flottation principale (g/t) | Volume du collecteur de la flottation principale (ml) | Concentration du déprimant (g/t) | Volume du déprimant (ml) | Concentration du collecteur de la flottation de contrôle (g/t) | Volume du collecteur de la flottation de contrôle (ml) | Temps de la flottation (minutes) |
|---------------|---|---|----------------------------------|--------------------------|--|--|----------------------------------|
| 07 | 50 | 0.093 | 100 | 0.375 | 30 | 0.056 | 5 |
| 08 | 100 | 0.187 | 100 | 0.375 | 50 | 0.093 | 5 |
| 09 | 150 | 0.281 | 100 | 0.375 | 50 | 0.093 | 5 |
| 10 | 200 | 0.375 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |
| 11 | 250 | 0.468 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |
| 12 | 300 | 0.562 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |
| 13 | 400 | 0.750 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |

Tableau 3 : Les paramètres de la variante trois.

| N° de l'essai | Concentration du collecteur de la flottation principale (g/t) | Volume du collecteur de la flottation principale (ml) | Concentration du déprimant (g/t) | Volume du déprimant (ml) | Concentration du collecteur de la flottation de contrôle (g/t) | Volume du collecteur de la flottation de contrôle (ml) | Temps de la flottation (minutes) |
|---------------|---|---|----------------------------------|--------------------------|--|--|----------------------------------|
| 14 | 100 | 0.187 | 100 | 0.375 | 50 | 0.093 | 5 |
| 15 | 200 | 0.375 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |
| 16 | 300 | 0.562 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |
| 17 | 400 | 0.750 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |

Tableau 4 : Les paramètres de la variante quatre.

| N° de l'essai | Concentration du collecteur de la flottation principale (g/t) | Volume du collecteur de la flottation principale (ml) | Concentration du déprimant (g/t) | Volume du déprimant (ml) | Concentration du collecteur de la flottation de contrôle (g/t) | Volume du collecteur de la flottation de contrôle (ml) | Temps de la flottation (minutes) |
|---------------|---|---|----------------------------------|--------------------------|--|--|----------------------------------|
| 18 | 100 | 0.187 | 100 | 0.375 | 50 | 0.093 | 5 |
| 19 | 200 | 0.375 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |
| 20 | 300 | 0.562 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |
| 21 | 400 | 0.750 | 100 | 0.375 | 100 | 0.187 | 5 |