

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



Département de Génie Minier

Laboratoire de Génie Minier

Mémoire de projet de fin d'études

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

**La valorisation de la silice issue des résidus aurifères de la mine
d'Amesmessas pour la fabrication du verre**

Ablla MAKHLOUF

Hadjer ABDALLAH

Sous la direction de M. Malek OULD HAMOU Pr

Présenté et soutenu publiquement le 14 juillet 2021

Composition du jury :

Président	Mme. A. MERCHICHI	MAA	ENP
Promoteur	M. M. OULD HAMOU	Pr	ENP
Co-promoteur	M. S. CHEMALI	Doctorant	ENP
Examineur	M. E. MOUSSAOUI	MAA	ENP

ENP 2021

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



Département de Génie Minier

Laboratoire de Génie Minier

Mémoire de projet de fin d'études

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

**La valorisation de la silice issue des résidus aurifères de la mine
d'Amesmessas pour la fabrication du verre**

Ablla MAKHLOUF

Hadjer ABDALLAH

Sous la direction de M. Malek OULD HAMOU Pr

Présenté et soutenu publiquement le 14 juillet 2021

Composition du jury :

Président	Mme. A. MERCHICHI	MAA	ENP
Promoteur	M. M. OULD HAMOU	Pr	ENP
Co-promoteur	M. S. CHEMALI	Doctorant	ENP
Examineur	M. E. MOUSSAOUI	MAA	ENP

ENP 2021

الملخص

الزجاج هو واحد من أقدم المواد المعروفة عند الإنسان، أنتج أول مرة في عام 12000 قبل الميلاد. الزجاج مصنوع أساساً من ثاني أكسيد السيليسيوم. و قد اخترنا في عملنا إعطاء قيمة للسيليكا من مخلفات الذهب لمنجم أمسماسا بهدف تصنيع عدة أنواع من الزجاج و زيادة قيمة السيليكا إلى 99 بالمئة .

و لهذا السبب، قمنا بتنفيذ عدة طرق لفصل السيليكا بعد التحضير الميكانيكي من بينها الفصل بالجاذبية، الأكسدة الكيميائية، الفصل المغناطيسي و التعويم و استخدام عدة أنواع من الجوامع بتركيز مختلفة لتعويم معادن الصخرة . أظهرت النتائج بعد التحاليل الكيميائية و المعدنية أن التعويم هي أفضل طريقة لفصل السيليكا و أكثرهم فعالية.

الكلمات الدالة : زجاج، سيليكا ، ثاني أكسيد السيليسيوم ، بقايا الذهب، منجم أمسماسا ، فصل بالجاذبية، التعويم، الأكسدة الكيميائية ، فصل المغناطيسي، جوامع.

Abstract

Glass is one of the oldest materials known to man, first produced in 12,000 BC. Glass is mainly made of silicon dioxide. In our work we have opted for the valorization of silica from the gold residues of the Amesmassa mine to manufacture several types of glass and increase its content to 99%. For this reason, several separation methods were carried out after the mechanical preparation of the samples, among them gravimetric separation, chemical leaching, magnetic separation and flotation, of which several collectors were used, varying their concentration to float the minerals from the barren rock. The results showed that these samples are suitable to be recovered for the manufacture of glass. Mineralogical and chemical analyses showed that the flotation method is the most efficient and cost-effective separation method for silica recovery.

Key words: Glass, silica, silicon dioxide, gold residues, Amesmassa mine, several separation, gravimetric, chemical leaching, magnetic separation, collectors.

Résumé

Le verre est un des plus anciens matériaux connus par l'homme, sa première fabrication date de 12000 ans avant J.-C. Le verre est constitué principalement par le dioxyde de silicium SiO_2 . Dans notre travail on a opté pour la valorisation de silice à partir des résidus aurifères de la mine d'Amesmassa pour fabriquer plusieurs types de verre et augmenter sa teneur à 99%. C'est pour cela on a réalisé plusieurs méthodes de séparation après la préparation mécanique des échantillons, parmi ses méthodes la séparation gravimétrique, la lixiviation chimique, la séparation magnétique et la flottation dont on a utilisé plusieurs collecteurs en variant leur concentration pour flotter les minéraux de la roche stérile. Les résultats ont montré que ces échantillons sont envisageables d'être valorisés pour la fabrication du verre. Les analyses minéralogiques et chimiques ont montré que la flottation est la méthode de séparation la plus efficace et la plus rentable pour valoriser la silice.

Mot clés : le verre, dioxyde de silicium, silice, résidus aurifères, mine d'Amesmassa, méthodes de séparation, séparation gravimétrique, flottation, lixiviation chimique, séparation magnétique, collecteurs.

Remerciements

Tout d'abord, on tient à remercier **ALLAH** le tout puissant de nous avoir donné la santé, la volonté, le courage et la patience pour mener à terme nos formations et pouvoir réaliser ce modeste travail.

En guise de reconnaissance, nous tenons à remercier, très sincèrement le Professeur. **Malek OULD HAMOU**, notre promoteur et enseignant, nous avons eu la chance de bénéficier de ses connaissances et compétences de son suivi tout au long de ce projet et notre parcours académique et bien sûr sa gentillesse.

Un grand merci à notre Co-promoteur **M.CHEMALI Salim**, pour son soutien et sa disponibilité et pour ses précieux conseils.

Nous tenons à remercier infiniment **Mlle. MERCHICHI Amira**. Notre enseignante pour son aide et ses conseils au niveau de laboratoire et pour son suivi tout au long de notre cursus, nous avons eu l'honneur de bénéficier de ses compétences.

Nous remercions infiniment **M.MOUSSAOUI Elabas**. Notre enseignant d'avoir examiné notre modeste travail en dépit de tous ses engagements et charges.

Nos remerciements ne peuvent pas finir sans remercier tout l'ensemble des enseignants de notre département Génie minier pour leur dévouement au travail et leurs efforts leurs soutiens spécialement Monsieur le chef de département **YAHYAOUI Sami** qui n'a jamais cessé de nous écouter et aider.

Nos remerciements vont également à toute l'équipe technique du laboratoire **HTDS d'Alger** pour leurs précieuses collaborations, de nous avoir permis d'effectuer nos tests de caractérisation chimiques et minéralogiques au sein de leurs laboratoires.

Nous remercions chaleureusement les ingénieurs de laboratoire de génie de l'environnement et **QHSE BOURDJIL Réda** et **LAASSALI Mohamed** au niveau de l'école nationale polytechnique pour leurs aides pour leurs disponibilités.

Enfin, nous remercions infiniment nos chères familles pour leurs soutiens leurs encouragements leurs amours qui nous a permis de réaliser ce travail.

Dédicace

Je dédie ce travail

A ma chère mère,

A mon cher père,

Qui n'ont jamais cessé de formuler des prières à mon égard et de me soutenir pour que je puisse atteindre mes objectifs.

A mes sœurs Nedjma, Fatima, Amina, Anissa

Pour leurs encouragements permanents et leurs conseils tout au long de mes études

A mon promoteur Professeur M. Ould hamou

Qui m'a beaucoup aidé par sa compétence et ses conseils précieux

A mon très cher binôme Hadjer

Pour sa confiance, son entente, et son amitié

A ma grande famille, surtout mon petit neveu Ibrahim je t'aime très fort

A mon homme Abdelhak, Qui m'a aidé

Qui m'ont aidé et supporté dans les moments difficiles, puisse dieu vous donne le bonheur et surtout la réussite

A tous ceux que j'aime et ceux qui m'aiment.

ABlla

Dédicace

Je dédie entièrement ce travail à *ma mère* et *mon père*, mes piliers, mes exemples, mes premiers supports et ma plus grande force .Merci pour votre présence, votre soutien, votre aide financière, et surtout votre amour, merci de n'avoir jamais douté de moi, quoi que je dise, je ne pourrai jamais vous remercier comme il se doit.

Tout ce que j'espère, c'est que vous soyez fiers de moi aujourd'hui .Puisse Dieu vous accorder santé, bonheur et longue vie.

Mes frères *Abderrahmane* et *Sidahmed* et ma petite sœur *Amina*, je vous aime énormément

A mon binôme *Ablla* et ma chère amie pour sa compréhension et sa patience tout au long de ce projet et son professionnalisme.

A mes chers amis : *Rania*, *Sarah*, *Sonia*, *Aridj*, *Ablla*, *Toumia*, *Abir* , *Imad* , *Samir* et *Hadjer* merci pour votre amour , votre fidélité , votre sincère amitié , veuillez trouver dans ce travail l'expression de mon amour le plus profond je vous aime énormément .

A ma chère grand-mère *Zohra* décédée depuis sept ans tu seras toujours présente dans mon cœur ma deuxième maman.

A toute personne ayant contribué à la réalisation de ce travail de près ou de loin, et a tous les enseignants ayant contribué à ma formation d'ingénieur merci infiniment.

Hadjer ABDALLAH

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale18

Chapitre I Synthèse bibliographique

Introduction.....20

I. Le verre20

I.1. La transition du verre.....21

I.2. Viscosité du verre.....21

I.3. Matières premières.....22

I.4. Structure du verre.....23

I.5. Composition du verre.....24

I.5.1. Les oxydes formateurs de réseau.....24

I.5.1.1. La silice (SiO_2).....24

I.5.1.2. L'anhydride borique (B_2O_3).....24

I.5.1.3. L'anhydride phosphorique.....24

I.5.2. Oxyde modificateur de réseau.....24

I.5.2.1. Les fondants (oxydes alcalins).....24

I.5.2.2. L'oxyde de sodium (la soude Na_2O).....25

I.5.2.3. L'oxyde de potassium (K_2O).....25

I.5.3. Les stabilisants (oxydes alcalino-terreux).....26

I.5.4. Les agents colorants.....26

I.6. Propriétés des verres.....26

I.6.1. Propriétés physiques.....27

I.6.1.1. Transmission de la lumière.....27

I.6.1.2. Densité.....27

I.6.2. Propriétés chimiques.....27

I.6.3. Propriétés thermiques.....27

I.6.3.1. Dilatation.....27

I.6.3.2. Conductivité électrique.....27

I.7. Famille des verres.....28

Table des matières

I.7.1. Verres sodocalciques.....	29
I.7.2. Verres au Plomb.....	29
I.7.3. Borosilicates.....	29
I.7.4. Verres spéciaux.....	29
I.7.5. Verre de silice.....	30
I.7.6. Les vitrocéramiques.....	30
I.8. Elaboration du verre.....	30
I.8.1. Stade de fusion.....	31
I.8.2. Stade de formation du verre.....	31
I.8.3. L'affinage et l'homogénéisation.....	31
I.8.4. Le conditionnement thermique.....	31
II. La silice.....	32
II.1. Formes minéralogiques principales de la silice.....	32
II.1.1. Quartz.....	33
II.1.2. Cristobalite, tridymite.....	33
II.1.3. Calcédoine, opale.....	33
II.2. Roches siliceuses massives et roches siliceuses meubles.....	33
II.2.1. Quartz massif.....	33
II.2.2. Quartzites.....	34
II.2.3. Grés siliceux.....	34
II.2.4. Sables siliceux.....	34
II.2.5. Galets de quartz.....	34
II.2.6. Radiolarites, phtanites, lydiennes, jaspes, spongolites, diatomites.....	34
II.2.7. Silex, cherts et chailles, meulrières.....	34
II.3. Principaux domaines d'utilisations de la silice industrielle et ses produits dérivés.....	35
II.3.1. Industrie verrière.....	35
II.3.2. Fonderie.....	35
II.4. Produits dérivés de la silice.....	35
II.4.1. Silices précipitées.....	35
II.4.2. Gel de silice.....	36
II.4.3. Silice colloïdale.....	36
III. Méthodes de séparation.....	36
III.1. La lixiviation.....	36

Table des matières

III.1.1. Type de lixiviation.....	37
III.1.1.1. La lixiviation en réacteur agité.....	37
III.1.1.2. La lixiviation sous pression.....	37
III.1.1.3. La lixiviation en tas.....	37
III.1.1.4. La lixiviation bactérienne.....	37
III.1.2. Conditions et paramètres.....	37
III.1.3. Le pH du milieu.....	38
III.1.4. Dilution (rapport solide /liquide).....	38
III.1.5. Température du milieu.....	38
III.2. La séparation magnétique.....	38
III.3. Séparation gravimétrique.....	39
III.3.1. Méthodes de la séparation gravimétrique.....	39
III.3.1.1. Milieu dense.....	39
III.3.1.2. Pulsation stratification (accélération différentielle).....	40
III.3.1.3. Nappe pelliculaire fluente.....	40
III.3.2. Table à secousse.....	40
III.4. Flottation.....	40

Chapitre II Matériels et méthodes

Introduction.....	44
I. Historique de la mine.....	44
II. Cadre géologique géographique et minéralogique.....	45
II.1. Situation géographique et économique.....	45
II.2. Cadre géologique régional.....	46
II.3. Tectonique de la région.....	46
II.4. Minéralisation de la formation.....	46
II.5. Propriétés technologiques des minerais.....	47
II.6. Minéralisation du gisement.....	48
III. Prélèvement et préparation des matériaux.....	48
III.1. Concassage.....	48
III.1.1. Concasseur à mâchoires.....	48
III.1.2. Concasseur giratoire.....	49

Table des matières

III.2.	Echantillonnage.....	49
III.2.1.	Quartage manuel.....	50
III.2.2.	Diviseur à couloirs.....	51
III.2.3.	Échantillonnage automatique au diviseur rotatif.....	51
III.3.	Broyage.....	52
IV.	Caractérisation des échantillons avant traitement.....	53
IV.1.	Caractérisation physico-chimique.....	53
IV.1.1.	Porosité (NF P94-410-3).....	53
IV.1.2.	Teneur en eau (NFEN 1097-5).....	54
IV.1.3.	Densité apparente (NF P 18-554).....	54
IV.1.4.	pH.....	54
IV.1.5.	Analyse granulométrique.....	55
IV.2.	Caractérisation chimique.....	57
IV.2.1.	Spectrométrie à la fluorescence X.....	57
IV.2.1.1.	Principe de spectrométrie de fluorescence X.....	57
IV.2.1.2.	Détermination de la composition élémentaire.....	57
IV.3.	Caractérisation minéralogique.....	58
V.	Description des essais.....	59
V.1.	Séparation gravimétrique.....	59
V.2.	Lixiviation chimique.....	60
V.3.	Flottation.....	63
V.3.1.	Flottation des micas.....	63
V.3.2.	Flottation des feldspaths.....	66
V.3.3.	Flottation complète du quartz.....	69
V.4.	Essais primaires.....	72
V.4.1.	Flottation du quartz.....	72
V.4.2.	Flottation du quartz suivie par un lavage.....	74
V.4.3.	Flottation complète du quartz pour un échantillon cyanuré.....	75
 <i>Chapitre III. Résultats et discussions</i>		
Introduction.....		
I. Caractérisation des échantillons avant traitement.....		78

Table des matières

I.1. Caractérisation physico-chimique.....	78
I.1.1.Porosité.....	78
I.1.2.Teneur en eau.....	78
I.1.3.Densité apparente.....	79
I.1.4.pH.....	79
I.1.5.Analyse granulométrique.....	80
I.2. Caractérisation Chimique.....	81
I.3. Caractérisation minéralogique.....	83
II. Description des essais.....	85
II.1. Séparation gravimétrie.....	85
II.2. Lixiviation chimique.....	88
II.3. Flottation.....	89
II.3.1. Flottation des micas.....	89
II.3.1.1. Produits.....	89
II.3.1.2. Rejets.....	94
II.3.2. Flottation des feldspaths.....	94
II.3.3. Flottation du quartz.....	96
II.4. Essais supplémentaires.....	100
II.4.1. Flottation direct du quartz en utilisant l'acide oléique directement sur l'échantillon.....	100
II.4.2. Flottation du quartz suivie par lavage.....	100
II.4.3. Flottation complète du quartz pour un échantillon cyanuré.....	101
<i>Conclusion générale.....</i>	<i>103</i>
<i>Références bibliographiques.....</i>	<i>104</i>

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Composition chimique de quelques verres.....	23
Tableau I.2 : Métaux de transition : formes oxydées rencontrées dans les verres de silicates (Bamford, 1977).....	26
Tableau I.3 : Verres listés par catégorie, domaine de composition et applications.....	28
Tableau II.1 : Composition chimique et minéralogique.....	47
Tableau II.2 : Diamètre des tamis utilisés pour l'analyse granulométrique	55
Tableau II.3 : Les paramètres utilisés pour la flottation des micas	65
Tableau II.4 : Flottation des feldspaths	67
Tableau II.5 : Flottation complète du quartz	69
Tableau II.6 : Les paramètres utilisés pour la flottation du quartz.....	72
Tableau II.7 : Flottation du quartz.....	74
Tableau II.8 : Flottation complète du quartz	75
Tableau III.1 : Les valeurs utilisées pour le calcul de la porosité d'échantillon.....	78
Tableau III.2 : Les valeurs utilisées pour le calcul de la teneur en eau.....	78
Tableau III.3 : Valeurs de densité apparente.....	79
Tableau III.4 : Valeurs du pH	79
Tableau III.5 : Analyse granulométrique	80
Tableau III.6 : Coefficient de courbure et d'uniformité d'échantillon.....	81
Tableau III.7 : Analyse XRF de l'échantillon.....	82
Tableau III.8 : Composition minéralogique de l'échantillon brut	84
Tableau III.9 : Valeurs de la séparation gravimétrique.....	85
Tableau III.10 : Valeurs de la lixiviation chimique	88
Tableau III.11 : Valeurs de la silice pour la flottation des micas.....	89
Tableau III.12 : Valeurs obtenus après une séparation magnétique.....	91

Liste des tableaux

Tableau III.13 : Les valeurs des micas	92
Tableau III.14 : Valeurs de la silice pour la flottation des feldspaths	94
Tableau III.15 : Valeurs de la silice pour la flottation du quartz	97
Tableau III.16 : Valeurs des éléments chimiques contenus dans le produit final	99
Tableau III.17 : Composition minéralogique du produit final	99
Tableau III.18 : Valeurs de la silice pour flottation du quartz	100
Tableau III.19 : Composition minéralogique après un lavage chimique	100
Tableau III.20 : Valeurs de la silice, micas et feldspaths	101

Liste des figures

Figure I.1 : Variations de la viscosité d'un verre silico-sodo-calcique industriel en fonction de la température	21
Figure I.2 : Représentation schématique réseaux de silice (silice cristallisée – à gauche) et (silice vitreuse - à droite) formateurs de réseau (De Bonfils, 2007).....	22
Figure I.3 : Création d'un oxygène non-pontant dans un verre silicaté par l'introduction d'oxyde modificateur Na ₂ O (Papon et al. 2002).....	24
Figure I.4 : Représentation schématique plane d'un verre sodique ; les ions modificateurs cassent le réseau en se liant à des atomes d'oxygène non-pontants (Lombardo., 2002).....	24
Figure I.5 : Classification des méthodes de séparation.....	25
Figure I.6 : Table à secousse.....	41
Figure II.1 : Carte de la localisation géographique d'Amesmassa	45
Figure II.2. Carte géologique de la région d'Amesmassa	47
Figure II.3 : Concasseur à mâchoires	49
Figure II.4 : Concasseur giratoire	49
Figure II.5 : Principe de quartage manuel	50
Figure II.6 : Quartage manuel effectué.....	51
Figure II.7 : Diviseur à couloirs.....	51
Figure II.8 : Type des broyeurs	52
Figure II.9 : Mode opératoire pour la détermination de la porosité	53
Figure II.10 : Mesure du pH	55
Figure II.11 : Tamiseuse vibrante RETSCH AS200	56
Figure II.12 : Vue en coupe de l'appareil XRF Niton présentant les différents composants et illustrant son principe de fonctionnement.....	57
Figure II.13 : Principe de la Diffraction du rayon X(DRX)	58
Figure II.14 : Table à secousses.....	60

Liste des figures

Figure II.15 : Séparation gravimétrique par table à secousses	60
Figure II.16 : Étuve utilisé pour le séchage	62
Figure II.17 : Organigramme de lixiviation chimique.....	62
Figure II.18 : Lixiviation chimique	63
Figure II.19 : Acide sulfurique préparé pour la flottation inverse des micas	64
Figure II.20 : DDA préparé pour la flottation inverse des micas	64
Figure II.21 : Processus de la flottation des micas et séparation magnétique des minéraux ferreux	65
Figure II.22 : Processus de la flottation inverse des micas suivi par une séparation magnétique	66
Figure II.23 : HF préparé pour la flottation du quartz	67
Figure II.24 : Flottation des feldspaths	68
Figure II.25 : Le processus de la flottation inverse des micas suivis par une flottation inverse des feldspaths	68
Figure II.26 : NaOH préparé Pour la flottation directe du quartz.....	69
Figure II.27 : Flottation complète du quartz.....	70
Figure II.28 : Les solutions préparées pour la flottation complète du quartz.....	71
Figure II.29 : Le processus de la flottation complète du quartz	72
Figure II.30 : Flottation du quartz en utilisant l'acide oléique directement sur l'échantillon	73
Figure II.31 : Processus de la flottation du quartz en utilisant l'acide oléique directement sur l'échantillon.....	73
Figure II.32 : Flottation du quartz suivie par une lixiviation chimique.....	74
Figure II.33 : Processus de la flottation du quartz suivie par une lixiviation chimique	75
Figure II.34 : Flottation du quartz pour un échantillon cyanuré.....	76
Figure II.35 : Récapitulation sur les méthodes utilisées.....	76
Figure III.1 : Courbe granulométrique d'échantillon	80

Liste des figures

Figure III.2 : Courbe XRF de l'échantillon	82
Figure III.3 : Spectre de la diffraction X (minéral)	83
Figure III.4 : Spectre de la diffraction X (formules chimiques).....	84
Figure III.5 : Courbe XRF de l'essai de la séparation gravimétrique	85
Figure III.6 : Analyse microscopique de l'essai de la séparation gravimétrique	87
Figure III.7 : Analyse microscopique de la lixiviation chimique.....	88
Figure III.8 : Valeurs de la variation de SiO ₂ en fonction de la concentration du DDA.....	90
Figure III.9 : Analyse microscopique de la flottation des micas.....	90
Figure III.10 : Variation de SiO ₂ , FeO ₃ ; Al ₂ O ₃ en changeant la concentration du DDA	93
Figure III.11 : Une analyse microscopique pour un rejet du 300g/t.....	93
Figure III.12 : Valeurs de la silice en fonction du HF.....	95
Figure III.13 : Analyse microscopique du produit de la flottation des feldspaths	95
Figure III.14 : Valeurs de la silice en fonction de la variation de la concentration d'acide oléique	97
Figure III.15 : Analyse microscopique du produit de la flottation du quartz.....	98
Figure.III.16 : Analyse XRF du produit de 100g/t.....	98
Figure IV.1 : Récapitulation sur les étapes suivies pour l'augmentation de la teneur de SiO ₂	103

Liste d'abréviations

C_T : critère de Taggart

ρ_L : Représente la masse volumique de la phase solide lourde.

ρ_l : La masse volumique de la phase solide légère.

ρ_f : La masse volumique du fluide.

L'ENOR : Entreprise d'Exploitation des Mines d'Or

ORGM : Bureau national de la recherche géologique et minière

ENOF : L'Entreprise nationale des produits miniers non ferreux et substances utiles

NW : Nord ouest

NE : Nord est

pH : Pouvoir acide

C_c : Coefficient de courbure

C_u : Coefficient d'uniformité

XRF : Spectrométrie à fluorescence

DRX : La diffraction aux rayons X

DDA : Dodecylamine

P : Produit de flottation

R : Rejet de flottation

CETIM : Centre d'Etude et de service Technologiques de l'Industrie des Matériaux de constructions

Introduction Générale

Introduction générale

Le verre est un matériau dont les propriétés ont pu être améliorées avec le temps en jouant sur la composition, la microstructure et la maîtrise de la surface, ce sujet représente les grandes tendances actuelles des développements technologiques de l'industrie verrière ce qui montre que le verre reste un matériau d'une grande modernité et de grand avenir.

Au passé, le verre a été longuement considéré comme un matériau indispensable dans la vie quotidienne, il possède de nombreuses qualités, il est à modeler, transparent et peut prendre plusieurs formes, ces qualités le placent dans plusieurs domaines : vitrage, décoration etc.....

Aujourd'hui, avec le développement admirant de la science et la technologie qui a montré que le verre pourra être utilisé dans plusieurs applications technologiques.

La technologie verrière utilisée actuellement a permis d'atteindre des performances remarquables dans tous les domaines connexes de l'optoélectronique : fibres optiques pour les télécommunications, revêtements anti-réfléchissants pour les capteurs solaires, lasers médicaux, mais il est aussi largement utilisé dans le bâtiment, le transport, l'éclairage.

La silice SiO_2 représente le composant principal du verre même les céramiques, les fonderies, la production des cellules photovoltaïques, malgré cette énorme importance la valorisation de la silice en Algérie reste limitée suite à la qualité du matériau renfermant des inclusions minérales nocives, c'est le cas des résidus aurifères de la mine d'Amesmassa où la présence d'impureté, notamment l'oxyde de fer qui limite la valorisation de la silice à l'échelle industrielle.

Donc, on doit chercher des considérations physico-chimiques particulièrement la pureté de la silice valorisée qui doit répondre aux normes strictes des verriers dont la teneur en silice SiO_2 doit être supérieure à 99% contre F_2O_3 inférieure à 0.03%, en outre, la granulométrie a également une influence majeure sur la libération de silice par rapport à la gangue.

Cette étude présente une démarche visant à valoriser la silice à partir des résidus aurifères de la mine d'Amesmassa tout en éliminant les oxydes notamment les oxydes de fer, les micas, les feldspaths par plusieurs méthodes de séparation : séparation gravimétrique, magnétique et la flottation, lixiviation chimique.

Chapitre I :

Synthèse bibliographique

Introduction

Le verre est l'un des plus anciennes substances artificielles. L'homme commença à le produire et à l'utiliser à peu près en même temps que le bronze, le verre est un matériau connu depuis plus de 5000 ans. La silice est le composant de base du verre, sa forme naturelle de dioxyde de silicium SiO_2 , c'est le composé chimique le plus répandu dans la croûte terrestre dont il représente 25% de sa masse. Ce minéral ubiquiste, qui se trouve dans plusieurs roches sous de nombreuses formes cristallines ou amorphes, constitue des gisements de types très variés, dont certains ont un intérêt économique majeur.

La relation entre la bonne qualité du verre et la teneur de la silice est bien déterminée, on doit atteindre une teneur de 99.99% pour avoir un verre de bonne qualité.

Dans ce présent chapitre on va entamer :

- Une revue générale sur le verre.
- Une revue générale sur la silice
- Des méthodes utilisées pour le traitement de la silice.

I. Le verre

Le dictionnaire indique que le mot verre vient du mot vitrum et qui désigne une substance minérale transparente et isotrope. Plusieurs définitions ont été proposées pour un verre. On peut le considérer comme un solide non cristallin obtenu par figeage d'un liquide surfondu. Lors de ce refroidissement, il acquiert les propriétés d'un solide présenté par un ordre cristallin à longue distance et sans périodicité dans l'arrangement des atomes. Cette définition n'est pas générale car il existe des solides qui ne sont pas des verres comme par exemple les gels et répondent à cette définition. Ce qui a permis à Tammann (1939) de postuler l'existence d'un état vitreux, et on peut définir le verre comme un solide non cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse.

Le verre est un matériau amorphe, c'est-à-dire non cristallin. De ce fait, il présente un désordre structural important. Sa structure microscopique est telle qu'il n'existe aucun ordre à grande distance dans un verre.

Matériau amorphe (non-cristallin) : un solide amorphe est un solide où les atomes sont dispersés sans symétrie apparente. Il n'y a pas de symétrie de translation.

Matériau cristallin : Les corps cristallins sont les plus répandus dans la nature. Un solide cristallin est caractérisé par l'ordre géométrique de la distribution des atomes dans l'espace, c'est-à-dire que les atomes sont régulièrement placés et selon un ordre géométrique bien défini appelé réseau cristallin.

Dans cette présente section on va entamer

- ✓ La transition du verre ;
- ✓ Viscosité du verre ;

- ✓ Matières premières ;
- ✓ Structure du verre ;
- ✓ Composition du verre ;
- ✓ Propriétés des verres ;
- ✓ Famille des verres ;
- ✓ Elaboration du verre ;

I.1. La transition du verre

Ce qui caractérise les verres, c'est non seulement l'absence de cristallinité, mais surtout leur faculté de passer progressivement et réversiblement à un état de plus en plus fluide lorsqu'on élève la température.

Au cours de ce passage, on assiste à une modification des propriétés qui traduisent ce que l'on appelle la transition vitreuse, ce phénomène se produisant à une température nommée température de transition vitreuse (T_g). Ce ramollissement progressif lorsqu'on élève la température est d'ailleurs d'une extrême importance car il constitue une des propriétés fondamentales du matériau verre. La transition vitreuse se caractérise par une variation continue des paramètres thermodynamiques extensifs, tels que le volume spécifique V ou l'enthalpie H , au passage de la transition (au contraire d'une véritable transition de phase liquide-solide pour laquelle les mêmes paramètres subissent une discontinuité). A l'état vitreux, le volume diminue linéairement avec la température, autrement dit pour les verres le coefficient de dilatation thermique est constant: il ne dépend pas de la température.

Étant donné que le verre est dans un état hors équilibre qui dépend de la vitesse de refroidissement, la température de transition vitreuse est donc considérée comme un paramètre cinétique. Autrement dit, la température T_g sera légèrement différente selon l'histoire thermique du matériau, plus élevée sera la vitesse de refroidissement et plus élevée sera la température de transition vitreuse T_g . C'est pourquoi on préfère habituellement parler d'un domaine de transition vitreuse.

La transition de fusion ou de cristallisation, par exemple, affecte des grandeurs thermodynamiques, comme le volume spécifique à pression constante ($V = (\partial G / \partial T)$), et donne lieu à une transition de premier ordre faisant intervenir l'énergie libre de Gibbs (G) et la température. Une transition thermique qui implique à la fois une chaleur latente et un changement dans la capacité calorifique du matériau. La transition vitreuse est la température à laquelle un verre passe d'un état dur et fragile (cassant) à un état mou et souple (visqueux). Le verre subit un accroissement de sa capacité calorifique quand il subit la transition vitreuse. Comme la transition vitreuse implique un changement de capacité calorifique, mais pas de chaleur latente, cette transition est appelée transition du second ordre. [1]

I.2. Viscosité du verre

Un facteur qui est sans aucun doute important pour la formation du verre est la viscosité du liquide au-dessus de son point de fusion. A chaque étape du refroidissement le liquide atteint un

état d'équilibre interne suivant les variations de température. Cependant, quand la température s'abaisse, la viscosité du liquide s'accroît jusqu'à une certaine valeur de température pour laquelle l'état d'équilibre interne du liquide n'est plus maintenu. Cette valeur de température correspond à la température T_g , obtenue pour une viscosité d'environ 1013 poises [1]

Le comportement du verre dépend de la température, Avec une température ambiante, la viscosité (η) diminue donc le verre devient un solide et avec une température proche de la température de transition vitreuse entre 1100 et 1600 °C la viscosité augmente à 1012 poises et le verre montre un comportement élastique quasiment parfait.

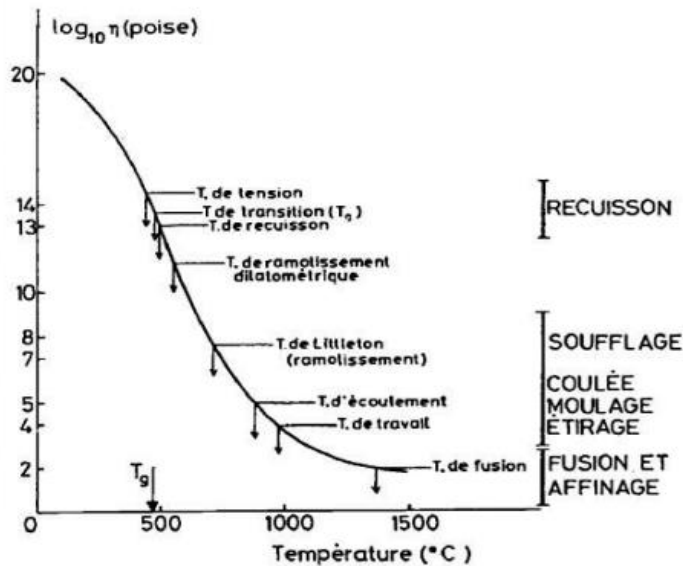


Figure I.1. Variations de la viscosité d'un verre silico-sodo-calcique industriel en fonction de la température. [7]

I.3. Matières premières

Le verre est un matériau, composé de nombreux oxydes, mais le plus souvent élaboré à partir des trois constituants de base : l'oxyde de silicium (SiO_2), l'oxyde de sodium (Na_2O) et l'oxyde de calcium (CaO). Pour des nombreux verres industriels (verre d'emballage et verre plat) ces trois éléments représentent environ 95 % de leur composition pondérale, ce qui permet de définir le verre sur un plan chimique comme un silicate de sodium et de calcium. La silice trouvée abondamment dans la nature sous forme de sable (quartz), ces derniers sont à l'exception du sable composés à plus 99 % de SiO_2 (les sables quartzeux riches en SiO_2). Bien que les verres usuels soient constitués entre 60 et 80 % de son poids ; c'est le principal élément dit d'oxyde formateur de réseau « vitrifiant »

Les caractéristiques d'une matière première verrerie contiennent obligatoirement des spécifications techniques Il s'agit essentiellement des niveaux de la granulométrie, de l'humidité et du seuil des impuretés surtout l'oxyde de fer, responsable de la coloration verte. [2]

Le verre flotté standard contient près de 0,1 % de Fe_2O_3 , le verre de flaconnage 5 fois moins et certains verres de couleur 5 fois plus. L'alumine est un constituant mineur du verre sodocalcique dont elle améliore la résistance hydrolytique, lorsque sa teneur est moins de 0,6 %. Chaque usine sélectionne elle-même ses matières premières afin de produire un verre de qualité voulue au meilleur prix de revient. Le verre se décline en plusieurs classes dont le tableau 7 résume quelques compositions chimiques caractéristiques. On peut citer, par exemple les verres sodocalciques, les verres borosilicates [2] [3]

Tableau I.1. Composition chimique de quelques verres. [8]

Composants (%)	SiO_2	B_2O_3	Al_2O_3	Na_2O	K_2O	CaO	MgO	Fe_2O_3
Verre plat	72,5	00,0	1,5	13	0,3	9,3	3,00	0,00
Verre à bouteilles	73,0	00,0	1,0	15	0,0	10	0,00	0,05
Pyrex (borosilicates)	80,6	12,6	2,2	4,2	0,0	0,1	0,05	0,05

La composition chimique conditionne la qualité du verre ainsi que le processus d'élaboration et de mise en forme. Car l'aptitude à la vitrification, est fonction de la proportion des oxydes formateurs et modificateurs dans le mélange initial. [2][3]

I.4. Structure du verre

Dans tous les solides, ainsi que les verres, l'arrangement existant entre les éléments constituants détermine sa structure. Il est nécessaire de connaître la structure des verres avant de comprendre ou de prévoir leurs propriétés. Nous présenterons, pour commencer, un ensemble de données définissant les structures des verres d'oxydes.

La silice (SiO_2) avec comme éléments structural de base un tétraèdre forme de 4 anions O^{2-} avec un cation Si^{4+} en son centre (Celarie, 2004), par définition, chaque liaison entre deux tétraèdres SiO_4 est effectuée par un atome d'oxygène qui est appelé oxygène pontant (Jupille, 2001) dans cette configuration. [2]

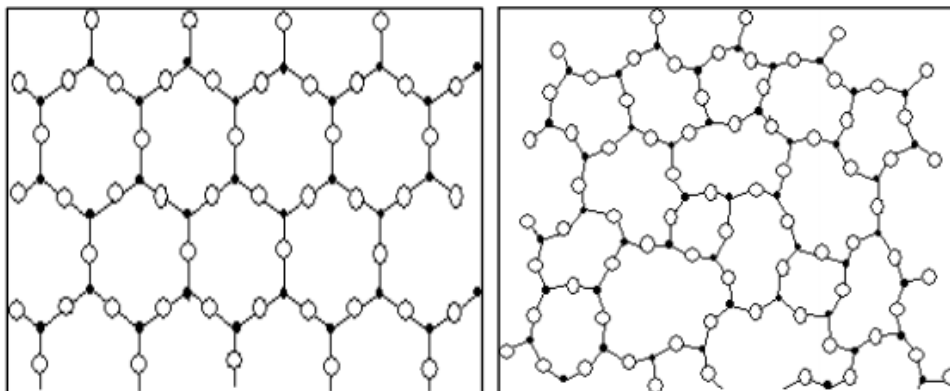


Figure I.2. Représentation schématique réseaux de silice (silice cristallisée – à gauche) et (silice vitreuse - à droite) formateurs de réseau [9].

I.5. Composition du verre

Le verre est un matériau dont la composition est complexe, souvent 8 à 10 oxydes différents en assurent les propriétés : le point de fusion, la viscosité, les propriétés mécaniques, la résistance chimique et la couleur (Lehmann, 2006). Les oxydes contenus dans les verres sont classés suivant leur fonction à l'intérieur du réseau, il existe des oxydes formateurs (vitrifiant), des oxydes modificateurs et enfin des oxydes secondaires [2]

I.5.1. Les oxydes formateurs de réseau

Une grande quantité de matériaux est capable de former un verre. Les principaux oxydes formateurs de verres sont SiO_2 , B_2O_3 , GeO_2 et P_2O_5 (West, 1987), mais le composé le plus couramment utilisé et étudié est la silice.

I.5.1.1. La silice (SiO_2)

Actuellement, la silice est encore un oxyde majeur que l'on retrouve dans la plupart des verres industriels qui représente environ 70% de la masse. Elle est, de part sa capacité à former un réseau. Si l'on augmente sa quantité, on augmente la dureté du verre. Son point de fusion est à 1730°C . Elle entre dans la fabrication sous forme de sable dont les plus purs en contiennent 99,5 % (les sables quartzeux). Plus le pourcentage de silice est élevé et plus le coefficient de dilatation est faible ; donc, plus le verre est résistant. [2]

I.5.1.2. L'anhydride borique (B_2O_3)

Est utilisé parfois comme formateur unique dans les émaux et les verres très fusibles. Le plus souvent il est associé à la silice (verres borosilicatés). Le bore ou borax (B_2O_3) diminue le coefficient de dilatation et améliore ainsi sa résistance aux chocs thermiques et plus résistant à l'eau. [2]

I.5.1.3. L'anhydride phosphorique

Le phosphore P_2O_5 augmente l'indice de réfraction et la brillance du verre employé généralement dans le domaine de l'optique. [2]

I.5.2. Oxyde modificateur de réseau

I.5.2.1. Les fondants (oxydes alcalins)

La silice permet d'obtenir un verre, mais son point de fusion est très élevé (1730°C). En ajoutant des fondants comme l'oxyde de sodium (Na_2O) ou l'oxyde de potassium (K_2O), on abaisse cette température à 1400°C (économie d'énergie) et on facilite les possibilités de travail. D'autre part l'introduction de ces oxydes dans le réseau on peut modifier la structure d'un verre, l'atome d'oxygène initialement pontant Si-O-Si crée une liaison ionique avec chaque molécule de Na_2O , Chacune des charges négatives est compensée par un Na^+ voisin, alors les oxygènes liés à

un seul atome sont appelés des oxygènes non pontants, l'introduction de molécules de Na_2O selon le principe suivant (figure I.3). [3]

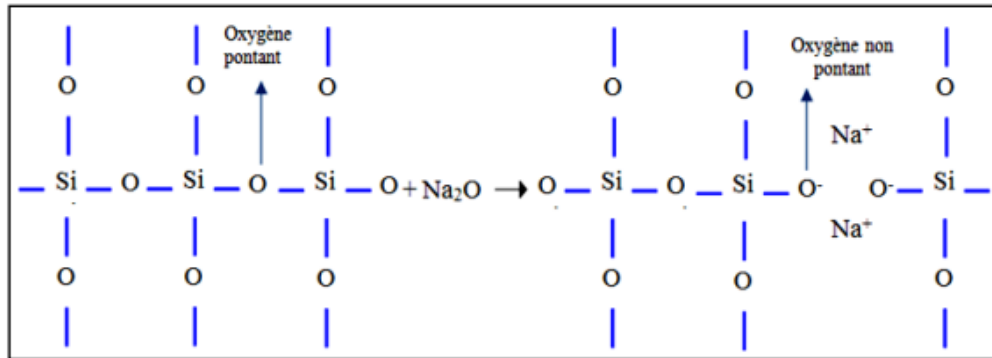


Figure I.3. Création d'un oxygène non-pontant dans un verre silicaté par l'introduction d'oxyde modificateur Na_2O [10].

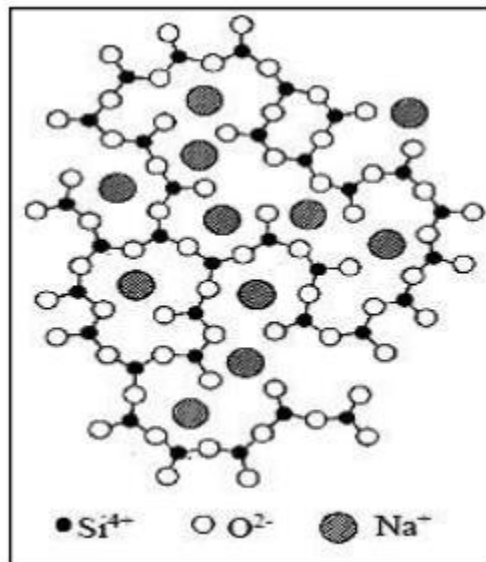


Figure I.4. Représentation schématique plane d'un verre sodique ; les ions modificateurs cassent le réseau en se liant à des atomes d'oxygène non-pontants [11].

I.5.2.2. L'oxyde de sodium (la soude Na_2O)

Il entrait autrefois dans les compositions sous forme de cendres de plantes marines (ex : la salicorne) ou de nitre (natron). Il abaisse le point de fusion, augmente l'éclat du verre et sa résistance aux agents atmosphériques ainsi que le coefficient de dilatation (Comte, 2004). [3]

I.5.2.3. L'oxyde de potassium (K_2O)

Il entrait autrefois dans la composition sous forme de cendres de plantes terrestres comme la fougère ; aujourd'hui, on utilise du salpêtre. Il abaisse le point de fusion, augmente l'éclat du verre et le rend doux à la taille, mais il diminue sa résistance chimique (Comte, 2004). [3]

I.5.3. Les stabilisants (oxydes alcalino-terreux)

Le plus souvent de nature calcique, ils confèrent au verre une plus grande dureté et durabilité chimique et le rendent insoluble dans l'eau. Par contre, ils rendent le verre plus difficile à travailler et freinent les mouvements des fondants, les éléments le plus utilisés sont : Le calcaire et la dolomie (CaCO_3 , MgO) se trouve sous forme de chaux (qui est le stabilisant le plus employé) et la dolomie (lorsque le verre doit contenir de la magnésie). CaO améliore la résistance chimique du verre, sont écartés en diminuant fortement leur solubilité (Comte, 2004). [3]

I.5.4. Les agents colorants

Les verres ne doivent pas être transparents cela signifie que l'on ajoute des oxydes métalliques pendant la fusion. En présence moindre quantité, ils influent sur les propriétés du verre, le meilleur exemple est donné par les colorants, qui sont le plus souvent des oxydes métalliques qui peuvent être ajoutés dans la composition principale ou dans le canal du four, sous forme de frites colorées. [3]

Tableau I.2. Métaux de transition : formes oxydées rencontrées dans les verres de silicates.
[12]

Elément	Ion	Couleur
Cuivre	Cu^{2+}	Bleu clair
Chrome	Cr^{3+}	Vert
Manganèse	Mn^{3+}	Violet
Fer	Fe^{3+}	Marron clair
Fer	Fe^{2+}	Bleu-vert
Cobalt	Co^{2+}	Bleu intense, dans les verres au bore, rose
Nickel	Ni^{2+}	Marron gris, jaune, vert, bleu à violet en fonction de la matrice du verre.
Vanadium	V^{3+}	Vert dans le verre à la silice, marron dans le verre au bore
Titane	Ti^{3+}	Violet

I.6. Propriétés des verres

La composition chimique joue un rôle important dans la détermination des plusieurs propriétés des verres. Les propriétés des verres d'oxydes, en conséquence, leurs applications ont été améliorées au cours des siècles. Un intérêt majeur des verres réside dans le fait que toute propriété peut être variée de manière continue par la modification de composition. Or, les modifications de compositions sont aisément réalisables et quasiment infinies. L'intérêt fondamental des verres par rapport aux matériaux cristallisés réside dans la possibilité de les obtenir dans de très larges domaines de compositions. Ils peuvent tolérer l'addition d'éléments étrangers dans des proportions telles que non seulement leurs propriétés physiques en sont

profondément modifiées, mais aussi que de nouvelles propriétés apparaissent. Une autre caractéristique des verres et leur sensibilité aux chocs thermiques. Depuis des décennies, plusieurs travaux de recherche ont été réalisés dans le domaine des verres afin d'établir des relations entre les propriétés physiques (le volume molaire, coefficient de dilatation thermique, indice de réfraction, etc.) et les compositions chimiques en se basant sur la relation des mélanges. [2][3]

I.6.1. Propriétés physiques

I.6.1.1. Transmission de la lumière

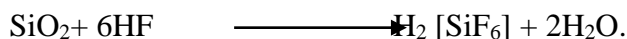
La transparence du verre varie avec sa composition et pour une composition donnée avec la partie du spectre lumineux considérée. L'utilisation courante des verres d'oxydes à base de silice est liée à leur bonne transmission dans la partie « optique » du spectre. Certains verres à base de fluorures et de phosphates transmettent dans l'ultraviolet plus que les verres à base de silice. [4]

I.6.1.2. Densité

Elle est voisine de 2,5. Sa mesure est effectuée avec précision : elle permet de détecter en usine des variations anormales de composition. [4]

I.6.2. Propriétés chimiques

On appelle la résistance chimique du verre aux acides et autres agents de dégradation. De tous les réactifs les plus connus, seul l'acide fluorhydrique a un effet d'attaque immédiat (utilisé pour dépolir le verre), au cours de laquelle le constituant principal du verre se trouve mis en solution suivant la réaction (Scholze, 1968) :



Une basse teneur en soude et l'ajout d'alumine et/ou de magnésie favorisent le renforcement du verre de ce point de vue. [4]

I.6.3. Propriétés thermiques

I.6.3.1. Dilatation

Le coefficient de dilatation présente un grand intérêt pratique car il lui est associé une résistance aux chocs thermiques. Entre 20 et 300°C pour un verre d'emballage courant, $\alpha = 85.107/\text{K}$ (signifie qu'entre 20 et 300°C, un barreau de 1 m se dilate de 8.5 μm par degré d'élévation de température). [4]

I.6.3.2. Conductivité électrique

Un corps est électriquement conducteur si les électrons ou les ions libres à l'intérieur de ce corps permettant le transport de courant. Les verres sont formés d'un réseau dans lequel sont

logés les cations modificateurs. Puisque ceux-ci, avant tous les ions alcalins, sont liés dans le réseau surtout de façon ionique, ils ont certaine mobilité, si bien que les verres possèdent une faible conductivité électrique. [4]

I.7. Famille des verres

La classification la plus largement utilisée, pour distinguer les différents types de verre est fondée sur la composition chimique qui donne quatre groupes principaux, les verres sodocalciques, le verre au plomb 24 % et le cristal, les verres au borosilicate et les verres spéciaux. Les trois premières catégories représentent plus de 95 % de la production totale de verre. Les milliers de formules spéciales de verre, généralement produites en petites quantités, représentent les 5 % restants. A de rares exceptions près, la plupart des verres sont à base de silicates, le principal composant étant le dioxyde de silicium (SiO_2).

Les compositions chimiques des verres sont ajustées en fonction de l'usage auquel elles sont destinées, en tenant compte à la fois des performances obtenues. Les compositions possibles des verres silicatés sont fort nombreuses mais elles peuvent se classer en un certain nombre de famille (Barton et Guillement, 2005, Vignes et Beurroies, 1997) dont les caractères essentiels sont donnés ci-dessous. [3]

Tableau I.3. Verres listés par catégorie, domaine de composition et applications. [13]

Catégorie	Domaine typique de composition	Applications
Verre Sodocalcique	SiO_2 , CaO , Na_2O	Vitrage, Bouteilles Flaconnage, Gobeletterie
Verre de Borosilicate	SiO_2 , B_2O_3 , Na_2O	Pharmacie, culinaire, laboratoire
Verre d'alumino-silicate	SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , B_2O_3	Fibre de renforcement
Verre au plomb	SiO_2 , PbO , K_2O	Verrerie d'art Flaconnage de luxe Ecrans de protection
Verre de Silice	SiO_2	Fibre optique
Verre à base de zircon	SiO_2 , ZrO_2 , Na_2O	Renforcement du ciment
Bio-verres	Na_2O , CaO , SiO_2 , P_2O_5	médicales
Verre fluorés	ZrF_4 combiné à d'autres fluorures	Fibre optique de courtes distances
Vitrocéramique	Li_2O , Al_2O_3 , SiO_2	Culinaires, optiques

I.7.1. Verres sodocalciques

Le verre sodocalcique est composé de 71-75% de silice (SiO_2), 12-16% d'oxyde de sodium (Na_2O) et 10-15% d'oxyde de calcium (CaO). Ce type de verre ne résiste pas aux acides et aux bases, casse facilement en cas de chauffage, la lumière blanche peut traverser mais absorbe l'ultraviolet. Il est utilisé pour la fabrication des bouteilles, des flacons et des vitrages. La coloration de verre se fait par l'ajout de certains oxydes tels que l'oxyde de manganèse donne la couleur jaune ou brune, l'oxyde de cuivre ou de chrome donne la couleur verte et l'oxyde de cobalt, la couleur brune. [4]

I.7.2. Verres au Plomb

Les verres au plomb sont composés de 54-65% de silice (SiO_2) qui est la quantité inférieure que le verre sodocalcique, mélangé avec d'oxyde de plomb et de potassium. En général, il possède plus de 24% d'oxyde de plomb et un indice de réfraction très élevé. En présence de la lumière, les verres au plomb possèdent un éclat. Ils sont très chers en raison d'utilisation de silice possédant très peu de contaminant ferraille, fabriqués en petite quantité et spécialisés dans la coupe. [4]

I.7.3. Borosilicates

Le verre borosilicate est constitué en grande quantité de silice, l'oxyde de sodium et l'oxyde de calcium à des doses inférieures ; l'ajout d'oxyde de bore (B_2O_3) pour que la valeur de l'indice d'amélioration causé par la température diminue, résiste aux changements de température. Ce type de verre est utilisé pour la fabrication des conteneurs pour micro-onde et des verreries en laboratoires. [4]

I.7.4. Verres spéciaux

Verres d'oxydes lourds : Il peut être intéressant de remplacer les formateurs à base d'oxydes « légers » tels que SiO_2 , B_2O_3 , P_2O_5 , par des oxydes « lourds » tels que Sb_2O_3 , As_2O_3 , TeO_2 . Ce sont des verres possédant un indice de réfraction plus élevé et transmettent plus loin, jusqu'à 6-7 μm . Les verres d'oxydes lourds sont utilisés comme source laser ou comme amplificateur optique. [5]

Verres Fluorés : Les fluorures peuvent former des verres comme les oxydes. En effet, le rayon ionique de l'ion F^- est très voisin de celui de l'ion O^{2-} ($R_{\text{F}^-} = 1.285 \text{ \AA}$; $R_{\text{O}^{2-}} = 1.35 \text{ \AA}$). En 1975, Marcel et Michel Poulain, chercheurs au laboratoire de chimie minérale de Rennes 1, découvraient par hasard les verres fluorés. Par hasard, car l'état vitreux pour de tels matériaux n'est pas un état naturel. Depuis, les verres fluorés se sont développés. Les verres fluoberyllés furent les premiers verres fluorés signalés. Le fluorure de beryllium, lui-même, donne un verre. Des verres multicomposants sont également obtenus notamment avec les fluorures alcalins et alcalino-terreux. Ces verres possèdent un indice de réfraction remarquablement faible. En raison de cette propriété, on a envisagé de les utiliser comme matériaux pour lasers de puissance. Leur utilisation reste limitée en raison de la toxicité du fluorure de beryllium mais aussi de leur hygroscopicité. [5]

Pour pallier ce dernier inconvénient, on a proposé des verres dits ABF (Aluminium Beryllium-Fluor), issus du système $BaF_2 - CaF_2 - AlF_3 - BeF_2$. Une nouvelle série de verres fluorés, dont le formateur est le fluorure de zirconium fut découverte. Ces verres ont fait l'objet de nombreuses études en raison de leur transparence dans l'infrarouge; ces matériaux sont utilisés pour la réalisation de fibres optiques pour télécommunications. [5]

Signalons d'autres verres fluorés à base de fluorure d'aluminium ou de fluorure d'indium. [5]

I.7.5. Verre de silice

Le verre de silice est un verre de haute pureté fabriqué selon des procédés synthétiques. Même s'il possède bon nombre de propriétés identiques à celles du verre de quartz, leurs différences sont importantes dans certaines applications

Le verre de silice présente une pureté de 99,9999%, alors que celle du verre de quartz est de 99,9%. Les propriétés de transmission du verre de silice sont aussi supérieures à celle du verre de quartz dans le spectre UV. Le verre de silice est utilisé principalement comme un matériau non brunissant dans les applications à rayonnement [6]

I.7.6. Les vitrocéramiques

Ce sont des matériaux issus des procédés de fusion et mise en forme des verres. Le verre est soumis à deux des traitements thermiques consécutifs permettant de faire naître des germes et, ensuite, d'en provoquer la croissance.

Les avantages des vitrocéramiques sont de plusieurs ordres. Tout d'abord, la mise en forme de l'objet est réalisée à l'état pâteux par une technique verrière classique (moulage, pressage). La vitrocéramique est un matériau ne présentant pas de porosité résiduelle. Ses propriétés mécaniques sont en général nettement supérieures à celles du verre dont il est issu. Les cristaux développés sont de très faible taille (0,05 à 0,5 μm) et le pourcentage de phase cristalline peut atteindre 75 à 80 % en volume. [6]

I.8. Elaboration du verre

L'élaboration du verre est l'ensemble des opérations au cours desquelles le mélange vitrifiable des matières premières est transformé en une masse liquide homogène de viscosité convenable pour être ensuite mise en forme. Pour fabriquer un verre ayant des propriétés spécifiques (Ayadi, 2007), on fait appel à des considérations physico-chimiques pour le choix des constituants. En effet, hormis les traitements post-fabrication, c'est essentiellement la proportion des divers constituants chimiques dans le mélange initial qui détermine les propriétés du verre.

On distingue traditionnellement trois étapes dans le processus d'élaboration du verre : la fusion, l'homogénéisation avec l'affinage et le conditionnement thermique. [6]

I.8.1. Stade de fusion

Stade de dissolution de la matière première et stade de formation du verre (Ayadi, 2007). Dans cette première phase, les réactions démarrent rapidement au-dessous de 800°C. Lorsque les matières sont plus fusibles tels que les carbonates et les sulfates de sodium ainsi que la dolomie et le calcaire, ils commencent à fondre, il y a une attaque du sable et un dégagement de CO₂ résultant de la décomposition des carbonates. Mais si la température reste relativement basse au-dessous de 1000 °C, la réaction se ralentit très vite car au fur et à la mesure de la dissolution du sable dans les carbonates, le liquide devient de plus en plus visqueux, dans cette première phase la dissolution du sable est de 70 %. [6]

I.8.2. Stade de formation du verre

Dans cette phase la température augmente jusqu'à 1400°C. Le verre devient plus liquide à ce niveau, et la réaction peut se poursuivre jusqu'à la dissolution complète du sable. La couche superficielle étant fondue, les couches sous-jacentes s'échauffent à leur tour et la fusion se poursuit progressivement. Il reste des grains de sable rassemblés à la surface du verre, ils sont attaqués ensuite par le sulfate de soude qui réagit à haute température que les carbonates. [6]

I.8.3. L'affinage et l'homogénéisation

De nombreuses réactions chimiques se produisent au cours de la fusion formées par des quantités importantes de CO₂, N₂ et SO₂ dans le bain de verre fondu et en partie s'éliminent sous formes de bulles gazeuses en mouvement ascensionnel à l'intérieur du bain de verre : c'est la phase d'affinage du verre (Gérard, 2007). Pour accélérer cette phase, les bulles n'atteignent pas la surface du bain de verre à cause de la viscosité du verre fondu élevée, afin de remédier à ce problème, la température du verre est légèrement augmentée afin de diminuer sa viscosité. Pour faciliter l'élimination des bulles, on peut introduire dans ce bain des agents d'affinage (essentiellement du sulfate de sodium ou calcium). Pour obtenir une bonne qualité de verre, il est nécessaire d'avoir une phase d'agitation mécanique du bain de verre. Cette opération ne peut se faire que par des courants de convection naturels, générés par l'existence de gradients thermiques à l'intérieur du four et en particulier par les écarts de température entre le fond du four plus froid et la surface plus chaude. Cette opération de brassage est indispensable pour homogénéiser le verre en cours d'élaboration, et terminer les opérations de dissolutions des matières premières encore existantes. [6]

I.8.4. Le conditionnement thermique

Au début de l'opération de mise en forme, la viscosité du liquide doit être au moins dix fois plus élevée que pendant l'affinage, il faut donc obligatoirement abaisser la température du verre (Barton et Guillement, 2005). En pratique, on le laisse se refroidir et, pour éviter les forts gradients de viscosité, on fait en sorte que ce refroidissement soit très lent. [6]

II. La silice

La silice est la forme naturelle de dioxyde de silicium SiO_2 , c'est le composé chimique le plus répandu dans la croûte terrestre dont il représente 25% de sa masse. Ce minéral ubiquiste, qui se trouve dans plusieurs roches sous de nombreuses formes cristallines ou amorphes, constitue des gisements de types très variés, dont certains ont un intérêt économique majeur. En effet, la silice sous forme pure ou composée, a de nombreuses applications dans de très nombreux domaines industriels, dont certains à la pointe de la technologie.

On la trouve en grande quantité dans :

- Les roches sédimentaires détritiques (sables, grès) ;
- Les roches métamorphiques (schistes, gneiss, quartzites) ;
- les roches métamorphiques qui sont formées par la recristallisation et généralement la déformation de roches sédimentaires ou de roches magmatiques sous l'action de la température et de la pression qui croissent avec la profondeur dans la croûte terrestre ou au contact d'autres roches ;
- Les roches magmatiques.

Dans cette présente section on va entamer :

- ✓ Les formes minéralogiques principales de la silice ;
- ✓ Les roches siliceuses massives et meubles ;
- ✓ Les principaux domaines d'utilisation de la silice et ses dérivés.

II.1. Formes minéralogiques principales de la silice

La silice présente plusieurs formes cristallines selon les conditions de pression et de température du milieu de formation. Ces différentes formes minéralogiques sont les suivantes : quartz, tridymite, cristobalite, qui sont les formes les plus fréquentes, coesite et stishovite étant rares (liés à des conditions de pression exceptionnelles : impacts de météorites, roches de l'écorce profonde).

Le quartz α et le quartz β sont les formes les plus fréquentes et répandues de la silice, présentes dans les roches magmatiques et volcaniques (granites, pegmatites, rhyolites...), dans les roches métamorphiques (gneiss, quartzites...) et dans les roches sédimentaires détritiques (sables, grès). Les polymorphes de haute température et/ou de haute pression peuvent se retrouver dans certaines roches magmatiques ou métamorphiques selon leurs conditions de formation. La silice peut également exister sous forme amorphe, hydratée (opale), ou anhydre (calcédoine des silex), et former de petits gisements superficiels. [14]

II.1.1.Quartz

Forme cristalline la plus commune de la silice SiO_2 , telle que définie précédemment, existant sous forme de cristaux automorphes, transparents, laiteux ou colorés (citrine, améthyste, quartz rose...), ou constituant l'un des minéraux principaux des roches magmatiques, métamorphiques, ainsi que des sables et grès siliceux. Il a un intérêt économique majeur du fait de ses caractéristiques physiques :

- Réfractivité élevée (température de fusion 1 600 °C).
- inertie chimique (sauf à l'acide fluorhydrique).
- pH neutre.
- Pouvoir isolant élevé.
- Coefficient de dilatation thermique faible ($5 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$).
- Propriétés piézoélectriques et optiques pour les quartzs ultra-purs.
- Une dureté importante : 7.
- Une résistance pyroscopique élevée : 1 500 °C.
- Des propriétés optiques variées (transparent, translucide ou opaque). [14]

II.1.2.Cristobalite, tridymite

Formes minérales naturelles rares de la silice, qui peuvent se former artificiellement par le changement de structure sous l'effet de haute température (calcination), d'un intérêt économique limité à l'état naturel, mais important pour la cristobalite et la tridymite produites à partir des silex calcinés à haute température. [14]

II.1.3.Calcédoine, opale

Silice amorphe, représente le constituant principal des silex (qui peuvent former des accumulations d'intérêt industriel et économique), ainsi que de formes minérales variées (agates, jaspes...), appréciées comme pierres fines. [14]

II.2. Roches siliceuses massives et roches siliceuses meubles**II.2.1.Quartz massif**

Cristallisation de quartz sous forme de lentilles et de filons hydrothermaux ou de pegmatites, parfois de grandes dimensions (extension kilométrique, épaisseur > 10 m), pouvant être très purs (> 99,9 % SiO_2), mais aussi avec des inclusions et d'interventions d'autres minéraux, des altérations et des contaminations, pénalisantes pour un usage industriel. [14]

II.2.2. Quartzites

Roches massives siliceuses pouvant être d'origine métamorphique ou sédimentaire, issues de sables et de grès siliceux. Les quartzites métamorphiques, ou méta quartzites, proviennent d'une recristallisation de grès due à des conditions de pression et/ou de température élevées. Les quartzites sédimentaires, ou ortho-quartzites, proviennent quant à eux de la cimentation complète par diagénèse siliceuse de sables et de grès siliceux. [14]

II.2.3. Grés siliceux

Roches siliceuses massives d'origine sédimentaire (à plus de 90 % de silice), plus ou moins indurées, formées par compaction et cimentation de sable siliceux (diagenèse, grésification). La distinction entre grès très indurés et ortho-quartzites est parfois difficile. [14]

II.2.4. Sables siliceux

Roches sédimentaires meubles, composées majoritairement de grains de quartz (> 95 %) de taille comprise entre 63µm et 2mm, avec des proportions variables de micas, feldspaths, minéraux lourds... Si la teneur en quartz est supérieure à 99 %, il s'agit d'un sable extra-siliceux, et d'un sable ultra-pur si $Fe_2O_3 < 0,02 \%$. [15]

II.2.5. Galets de quartz

Les galets de quartz dont issues de l'érosion de filons de quartz présents dans les roches magmatiques et les pegmatites. De taille généralement comprise entre 10 et 100 mm, ils sont de forme arrondie, et peuvent être ultra-purs avec des teneurs en $SiO_2 > 99,9 \%$. [15]

II.2.6. Radiolarites, phtanites, lydiennes, jaspes, spongolites, diatomites

Roches siliceuses d'origine biochimique et/ou biologique, végétale (diatomites, algues à test siliceux) ou animale (radiolarites, phtanites, lydiennes, jaspes). Les diatomites, roches friables formées par l'accumulation de squelettes siliceux de diatomées (algues unicellulaires marines ou lacustres), autre source de silice industrielle à usages particuliers, ne sont pas intégrées dans cette étude. [15]

II.2.7. Silex, cherts et chailles, meulières

Roches siliceuses meubles constituées de blocs, d'origine chimique, formées dans des milieux carbonatés (silex et chailles), siliceux (cherts), ou sulfatés (meulières), par précipitation de silice et/ou suite à la diagenèse de la roche d'origine sédimentaire. Les accumulations de silex en milieu marin littoral constituent des gisements de silice d'intérêt industriel, dont certains sont exploités. [15]

II.3. Principaux domaines d'utilisations de la silice industrielle et ses produits dérivés

Du fait de leurs propriétés physiques et chimiques, les différentes formes de silice, naturelles ou synthétiques, ont de très nombreuses utilisations industrielles.

II.3.1. Industrie verrière

La silice, principalement les sables siliceux, sont utilisés dans la verrerie, pour la fabrication de verres creux, verres plats, verres technologiques à haute performance (aéronautique, fibres optiques, verres extra-clairs de panneaux solaires...).

La production verrière incluant essentiellement les verres creux et verres plats, est de l'ordre de 4,5 Mt (2013) en France, dans lesquels la silice représente environ 70 % du tonnage [16]

II.3.2. Fonderie

La fabrication des moules et des noyaux de fonderie est le deuxième usage en tonnage des sables siliceux. En effet, la silice possède un point de fusion de 1710°C supérieur à celui du fer et de la plupart des métaux, ce qui permet leur fonte en moules siliceux élaborés à partir de sables très purs. [16]

Le silicium métal est extrait de quartz, de quartzite ou de sable extra-siliceux par des procédés métallurgiques utilisant des combustibles carbonés. Pour produire un tonne de silicium métal, il faut 2,9 t de silice pure et environ 3 t de combustible, ainsi que 150 kg d'électrode en graphite, d'où un rejet d'environ 3,14 t de CO₂. [16]

II.4. Produits dérivés de la silice

Des procédés physico-chimiques utilisent et transforment la silice naturelle en silice synthétique, pour des utilisations industrielles énormes comme les charges minérales, agent de renforcement, fluidifiant, blanchisseur, détergeant, renfort de polymères, support pour les compléments alimentaires, antidérapants...

II.4.1. Silices précipitées

Obtenues par neutralisation d'une solution de silicate de sodium par l'acide sulfurique H₂SO₄, utilisées dans l'alimentation humaine et animale, et comme abrasif et nettoyant dans les pâtes de dentifrice, en renforcement dans les élastomères. Les silices précipitées de haute performance, hautement dispersibles, sont utilisées dans l'industrie du pneumatique. [17]

II.4.2. Gel de silice

Le gel de silice, obtenu de la même manière que les silices précipitées mais à un pH basique $\text{pH} < 7$, est un hydroxyde de silicium poreux, très hydrophile (possibilité d'absorber 40 % de sa masse), utilisé comme capteur d'humidité, et comme épaississant en pharmacie et en cosmétique. [17]

II.4.3. Silice colloïdale

Particules en suspension de 10 à 100 μm de diamètre, en concentration aqueuse à $\text{SiO}_2 < 50$ % en volume, et récupérées par le passage dans une solution de silicate de sodium sur les résines échangeuses de cationns. La silice colloïdale est utilisée pour le polissage des plaques de « EG-silicium », et comme liant de produit réfractaire, épaississant dans les vernis, les colles et les peintures, ainsi que pour donner des propriétés anti-salissantes aux revêtements de sol et aux tissus ; Silicate de sodium : produit de base dans de nombreuses industries, obtenu par fusion alcaline de sable extra-siliceux, ou par attaque à 180-220 °C par la soude, utilisé dans la fabrication de silice de haute performance. [17]

III. Méthodes de séparation

Dans cette présente section on va entamer :

- ✓ La lixiviation ;
- ✓ Séparation gravimétrique ;
- ✓ Flottation ;
- ✓ Séparation magnétique.

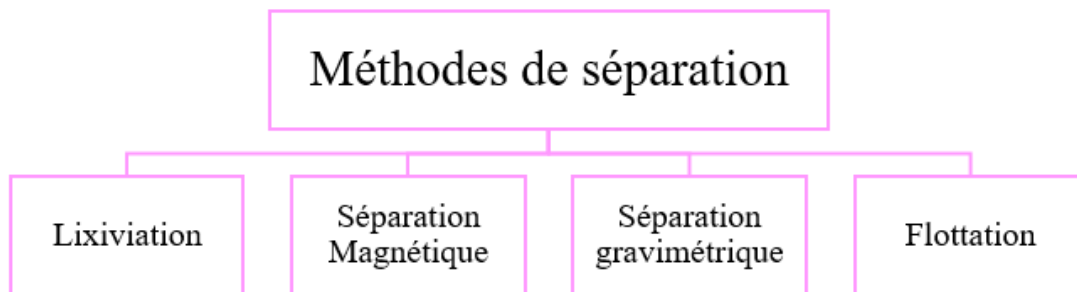


Figure I.5. Classification des méthodes de séparation.

III.1. La lixiviation

La lixiviation désigne une technique de lessivage de produits solides par un solvant approprié, de façon à en extraire les parties solubles.

Le processus implique :

- La dissolution du métal dans un milieu aqueux, généralement acide ;
- Transfert du métal dissous à une solution organique ;
- Transfert des métaux dissous à une deuxième solution aqueuse ;
- Production d'un produit.

III.1.1. Type de lixiviation

En fonction de certains critères tels que la conduite des opérations ou les coûts d'investissement, on distingue quatre manières différentes à réaliser la lixiviation :

III.1.1.1. La lixiviation en réacteur agité

C'est la plus employée dans le cadre du traitement des minerais riches. Elle peut être réalisée en continu ou en discontinu. Elle implique la séparation solide-liquide (décantation, floculation ; filtration).

III.1.1.2. La lixiviation sous pression

Elle se déroule en autoclave à des températures et des pressions élevées. Les autoclaves doivent pouvoir résister aux conditions de température et de pression qui peut dépasser 200°C et plusieurs Méga Pascals. Leur conception en acier inoxydable ou en alliages spéciaux leur permet de résister à la corrosion.

III.1.1.3. La lixiviation en tas

Elle consiste à disposer le minerai grossièrement concassé sur une aire étanche et le soumettre à un arrosage par une solution d'attaque.

III.1.1.4. La lixiviation bactérienne

Les procédés mis en œuvre dans la technique de biolixiviation sont multiples, mais peuvent être regroupés en deux grandes familles : les procédés statiques et les procédés dynamiques, le but étant de récupérer le métal d'intérêt sous forme dissoute, qui sera ensuite précipité par extraction sur solvant ou par électrolyse.

III.1.2. Conditions et paramètres

Il existe différentes méthodes de séparation pour le traitement de sable siliceux, La voie chimique par lixiviation, qui a été présentée précédemment, consiste à mettre en contact le matériau solide avec un solvant liquide pour dissoudre sélectivement quelques composés du solide dans la phase liquide. L'oxyde de fer étant insoluble dans l'eau, mais la solubilité de l'oxyde de fer peut être augmentée en jouant sur le pH avec des acides et des réactifs réducteurs. En fonction d'impureté à dissoudre et du solide à traiter, différentes solutions de lixiviation

peuvent être employées, les plus courantes pour le traitement des sables sont : l'acide chlorhydrique, l'acide sulfurique et l'acide oxalique. Les effets de certains paramètres importants sur l'efficacité de lessivage tels que la température, le pH, la durée de lixiviation, et le rapport solide/liquide.

III.1.3. Le pH du milieu

Le pH joue un rôle important dans le processus de lixiviation, les tests d'influence du pH en conditions expérimentales permettent la solubilisation du fer et semble efficace quand le pH est inférieur à 4, la récupération est significative.

III.1.4. Dilution (rapport solide /liquide)

Le ratio solide /liquide est un paramètre important du procédé puisqu'il conditionne, pour un réacteur de volume donné, le débit admissible de sable à traiter, ou le débit de la solution dans une configuration de lixiviation. Le rapport solide /liquide (en masse ou volume) doit éviter à la fois une saturation trop rapide de la solution et une trop grande dilution qui empêcherait l'analyse des solutions.

III.1.5. Température du milieu

Le paramètre température joue un rôle très important dans la solubilité de fer. En ce qui concerne le mode opératoire, la lixiviation se déroule en batch, à température ambiante, avec un rapport solide/liquide suffisamment faible pour que la solubilisation soit totale et que le solide soit totalement dispersé et sous agitation afin d'accélérer le processus. La température plus élevée a une forte influence sur le rendement de lixiviation. Surtout, à la température la plus élevée de 90°C. Les progrès réels en matière de technologies de traitement des minéraux visent principalement à accroître l'offre de métaux nouvellement utilisés dans l'industrie et à réduire le coût du processus d'enrichissement.

III.2. La séparation magnétique

La séparation magnétique exploite les propriétés magnétiques des matériaux afin d'effectuer leur séparation. La susceptibilité magnétique est la propriété d'un matériau qui détermine son comportement dans un champ magnétique. À partir de cette propriété, les matériaux peuvent être divisés en trois classes. La première classe est composée de matériaux ferromagnétiques dont la susceptibilité magnétique est très forte. La deuxième classe comporte des matériaux paramagnétiques qui présentent une susceptibilité magnétique faible. La troisième classe est constituée de matériaux diamagnétiques possédant une susceptibilité nulle.

La séparation magnétique est accomplie par entraînement des matériaux susceptibles lors de leur passage à travers un champ magnétique. Ce dernier peut être produit à l'aide d'un aimant permanent ou d'un électroaimant. L'utilisation des électroaimants comporte plusieurs avantages dont la possibilité d'ajuster l'intensité du champ magnétique en variant l'intensité du courant électrique. De plus, le champ magnétique produit par les électroaimants peut atteindre une

intensité plus élevée que l'intensité d'un champ engendré par des aimants permanents. La grosseur et la masse volumique des particules influencent le traitement. La séparation des grosses particules denses requiert un champ magnétique plus intense que la séparation des petites particules légères. Il est essentiel de souligner que l'efficacité du procédé dépend du degré de libération ou de la pureté des matériaux à séparer.

Il existe deux catégories d'équipements de séparation magnétique : les séparateurs à haute intensité et les séparateurs à basse intensité. Chaque catégorie peut être divisée en deux, soit les séparateurs humides et les séparateurs à sec.

III.3. Séparation gravimétrique

La concentration par gravité sépare les minéraux selon la différence de leurs densités. Ce procédé est efficace lorsqu'il est appliqué sur un éventail restreint de grosseurs de particules. La séparation gravimétrique est un mode de concentration dans un fluide d'un matériau mettant en œuvre la différence qui existe entre les masses volumiques des minéraux d'une part et des gangues d'autre part. La concentration gravimétrique s'effectue dans un champ de forces de masse, en général celui de la pesanteur, combiné à l'action d'autres forces telles que la résistance offerte par le fluide (en général, de l'eau pour la gravimétrie en voie humide) au mouvement des grains à séparer ou les forces de frottement entre ces particules et une surface support fixe ou mobile.

La réussite d'une séparation gravimétrique repose sur la connaissance poussée des paramètres minéralogiques du minerai à traiter (maille de libération, masse volumique des divers constituants, présence de mixtes minéralogiques, répartition granulométrique des espèces minérales...). La séparation par gravité utilise les différences de masse volumiques des particules à séparer. En effet, il est possible d'estimer l'applicabilité d'une telle approche à l'aide de la formule suivante :

$$C_T = \frac{(\rho_L - \rho_f)}{(\rho_l - \rho_f)} \dots\dots\dots(1)$$

Où CT : Critère de Taggart.

ρ_L : Représente la masse volumique de la phase solide lourde.

ρ_l : La masse volumique de la phase solide légère.

ρ_f : La masse volumique du fluide.

III.3.1. Méthodes de la séparation gravimétrique

Les équipements de concentration gravimétrique sont divisés en trois groupes selon les mécanismes de séparation impliqués

III.3.1.1. Milieu dense

Cette méthode met seulement en jeu la force de gravité des particules. On utilise pour cela un milieu organique en laboratoire ou une suspension aqueuse et dense d'un matériau fin à l'échelle industrielle.

III.3.1.2. Pulsation stratification (accélération différentielle)

Elle est basée sur les sédimentations différentielles entre les particules lourdes et légères provoquées par le mouvement périodique. On utilise pour cela des bacs à piston.

III.3.1.3. Nappe pelliculaire fluente

Il s'agit d'une nappe d'eau de faible épaisseur (quelques mm à quelques cm) s'écoulant sur un plan incliné. Les particules, suivant leur vitesse de chute et leur résistance au mouvement, se séparent en plusieurs catégories densimétriques.

Le choix de telle méthode dépend des propriétés physico-chimiques et minéralurgiques du minerai à séparer. Dans notre cas, la séparation se fait par table à secousse.

III.3.2. Table à secousse

Les tables à secousses sont composées d'une table légèrement inclinée (réglable de 0° à 6°) dans le sens de la largeur et équipée d'un mécanisme qui lui communique longitudinalement un mouvement de va-et-vient asymétrique. L'amplitude et la vitesse de ce mouvement sont aussi réglables, la surface de la table est couverte de rainures longitudinales et parallèles dont la profondeur diminue progressivement à partir du point d'alimentation de la pulpe jusqu'à la sortie qui est diamétralement opposée (figure 8). L'eau de lavage qui s'écoule sur la table entraîne les particules légères dans la direction transversale (vers le bas). La stratification des particules entre les rainures se produit sous l'acon des secousses et du courant d'eau de lavage. Les secousses contribuent à dilater le lit de particules afin de permettre aux grosses particules denses de le traverser jusqu'à la surface de la table. L'effet des secousses entraîne la formation de deux couches de particules distinctes dont l'une est composée de particules de masse volumique élevée (couche inférieure) et l'autre de particules de masse volumique faible (couche supérieure). Les particules lourdes sont acheminées longitudinalement à l'autre extrémité de la table grâce à la direction et à la nature asymétrique des secousses.

La trajectoire d'une particule évoluant sur un plan incliné sur lequel s'écoule un film liquide est liée à l'alluvionnement, qui est la sédimentation des grains lourds et gros piégés dans les riffles, et l'entraînement des légers et fins par le courant. Et à La saltation, qui est le mouvement des grains piégés contre le support, dépendant moins de la vitesse d'entraînement que de la masse volumique des grains ; les grains ayant une masse volumique plus importante se déposent en premier.



Figure I.6. Table à secousse.

III.4. Flottation

La flottation est un procédé de séparation (ségrégation de mousses à partir d'une phase liquide) fondé sur des différences d'hydrophobicité des surfaces des particules à séparer. Elle est utilisée en minéralurgie pour séparer des minéraux entre eux et dans le traitement des eaux usées pour éliminer les graisses.

Cette séparation est fondée sur les propriétés de surface et sur les propriétés d'hydrophobie et d'hydrophile des phases minérales et a lieu dans une cellule de flottation.

Différents réactifs chimiques sont utilisés pour ce procédé :

- Les collecteurs ont 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 moussants permettent de créer des mousses compactes. Souvent composés d'alcools, ils diminuent la tension de surface. Ils diminuent ainsi la coalescence, ce qui permet de contrôler la taille des bulles et de prolonger la durée de vie de la mousse. Ils augmentent ainsi la probabilité de collision entre les bulles et les particules tout en offrant un meilleur support aux particules récupérées dans la mousse, diminuant ainsi le relargage de particules dans la pulpe de flottation ;
- Les activateurs modifient la surface des minéraux de valeur afin de les rendre actifs avant l'ajout de collecteur ;
- Les déprimants sont utilisés pour rendre hydrophiles les phases minérales qu'on ne veut pas flotter ;

- Les dispersants dont le but est de lutter contre l'agglomération des particules minérales.

Dans une cellule de flottation, la pulpe minérale est mise en agitation par un arbre qui va aussi servir à injecter l'air à l'origine de la formation de bulles. Les mousses ainsi formées, qui sont chargées en particules minérales, sont récupérées par débordement ou par un système d'écumoire.

Chapitre II :

Matériels et méthodes

Introduction

Actuellement, le gisement aurifère de la mine d'Amesmassa représente le seul gisement aurifère en phase d'exploitation en Algérie, son exploitation est faite par l'ENOR/spa qui fait partie du groupe Manal depuis 1998. Cependant, le démarrage de l'usine de traitement au mois de juillet 2001 (ANPM).

L'ENOR exploite légalement une superficie de 1400 km² comprenant les gisements d'Amesmassa et de Tirek, ainsi que les indices situés entre les deux gisements.

Dans ce chapitre on va aborder brièvement :

- L'histoire de la mine d'Amesmassa ;
- La situation géographique et économique du gisement ;
- La géologie et la minéralogie de gisement ;
- La tectonique de la zone.
- Prélèvement et préparation des matériaux
- Caractérisation des échantillons avant traitement
- Description des essais.

I. Historique de la mine

La découverte des gisements d'or à l'Ahaggar (Hoggar) remonte à l'année 1970. Les projets développés par l'entreprise ENOR concernent les gisements de Tirek et Amesmassa, découverts par la SONAREM respectivement en 1971 et 1978. L'évaluation géologique de ces gisements s'est poursuivie, bientôt relayée par ceux de l'Office National de la Recherche Géologique et Minière (ORGM). Les études de préfaisabilité de ces projets ont été initiées dès 1989 par l'Entreprise Nationale des Produits Miniers Non Ferreux et des substances utiles (ENOF). Il a fallu attendre l'évaluation géologique complète du gisement d'Amesmassa et la création de l'ENOR en avril 1992 pour parachever les études techniques et économiques nécessaires à la mise en exploitation de ces deux gisements. A cet effet, un contrat a été signé avec un bureau d'étude canadien (SIDAM) pour la réalisation d'une étude de faisabilité. Cette étude fut suivie des études d'ingénierie de base réalisées par la société canadienne KILBORN-TECULT.

La concession minière est octroyée initialement à l'ENOR SPA par le ministère de l'Énergie et des Mines par arrêté No78 / MIM / 92 en date du 21 octobre 1992 pour une durée de vingt (20) ans. Reconvertie en 2012 par l'Agence Nationale de Patrimoine Minier (ANPM) en permis minier de petite et moyenne mine, conformément aux dispositions de la loi minière 01-10 du 03 juillet 2001 pour une période de 10 ans renouvelable. (Titre No6670 PM DU 31/12/2012.). Le permis couvre une superficie de 1397 km² et porte sur l'exploitation de l'or et argent associé. Le début de la production de l'or fut en juin 2001 dans le gisement de Tirek et avec le temps, l'entreprise a envisagé d'exploiter le gisement d'Amesmassa dans le cadre d'un projet de

partenariat étranger avec la firme australienne GMA jusqu'en 2012 où elle est devenue à 100 % filiale du groupe MANAL. [18]

II. Cadre géologique géographique et minéralogique

II.1. Situation géographique et économique

Le gisement aurifère d'Amesmassa est situé dans le SW du Hoggar (Sahara Algérien), les coordonnées sont de 2 ° 29 de longitude Est et 20°59 d'attitude Nord. Le gisement est situé à environ 450 km au sud – ouest de Tamanrasset, à la limite des feuilles topographiques de Tirek (partie sud) et IN-Ouzzal (partie nord). Le relief de la région du gisement est représenté par un plateau désertique faiblement accidenté dont les altitudes maximale atteignent rarement les 600 m et les dénivelés relatifs varient de 5-10 m à 30-50 m. Les conditions climatiques sont spécifiques pour les régions désertiques du Sahara, les précipitations moyennes sont de l'ordre de 5-10 mm/ans et la température est de 10° -15° en hiver, en été elle atteint les 50°. Du point de vue économique, la région est faiblement développée, elle ne dispose ni d'infrastructures socio-économiques ni de sources d'énergie ni de l'eau ni de gisements de matériaux de construction connus à l'heure actuelle. La main d'œuvre vient en général du nord du pays. [18]

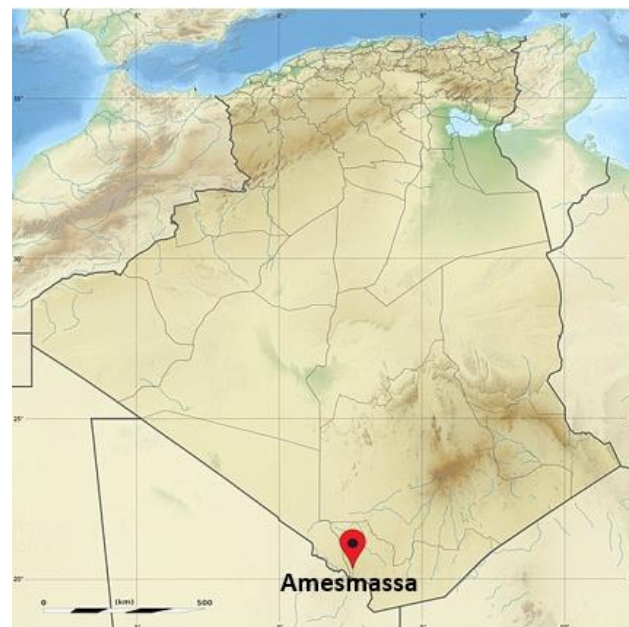


Figure II.1. Carte de la localisation géographique d'Amesmassa.

II.2. Cadre géologique régional

Le gisement d'Amesmassa est situé dans la partie sud-ouest du bouclier Touareg dans le Hoggar, formé par des terrains précambriens. Il se situe à l'intérieur de la faille d'In Ouzal qui sépare deux blocs tectoniques, un bloc Ouest composé de formations archéennes constituant le môle d'In-Ouzal et représentées par des granulites, des gneiss, des schistes et des marbres, et un bloc Est formé de roches d'âge protérozoïque inférieur (suggarien) représentées par des gneiss et des quartzites recoupés par des gabbros. Cette faille régionale se rattache au système de l'accident tectonique majeur méridien et qui met en contact cote à cote deux zones structuro-formationnelles parmi les plus importantes du Hoggar occidental. [19]

II.3. Tectonique de la région

La structure tectonique du gisement est entièrement déterminée par sa position dans la zone profonde régionale d'In Ouzal Est.

- La formation de la structure du champ minéralisé du gisement a été notablement influencée par les failles de direction nord-ouest et subaltitudinale. C'est dans cet ordre de succession qu'elles sont apparues.
- Les accidents NW exercent une influence sur la répartition spatiale de la minéralisation en recoupant et en déplaçant les zones de quartz aurifère, ce qui démontre leur caractère postérieur à la minéralisation.
- Les failles NE (Azimut : 20°_60° NE, pendage subvertical) sont plus récentes que les précédentes.
- Les fissures de direction subaltitudinale sont les accidents tectoniques les plus jeunes du gisement. ce type contrôle rarement la minéralisation. [19]

II.4. Minéralisation de la formation

La formation des minéralisations aurifères le long de la faille d'In-Ouzal-Est est associée à un processus hydrothermal à température relativement haute. Ce processus fut très avancé dans les zones de mylonitisation et de broyage sur la bordure orientale du môle archéen d'In-Ouzal. L'étude de la composition de la minéralisation, la paragenèse de ses associations minérales permet d'établir la succession et les stades de la formation des différents minéraux. Ces processus sont divisés en étapes hydrothermale et supergène. [20]

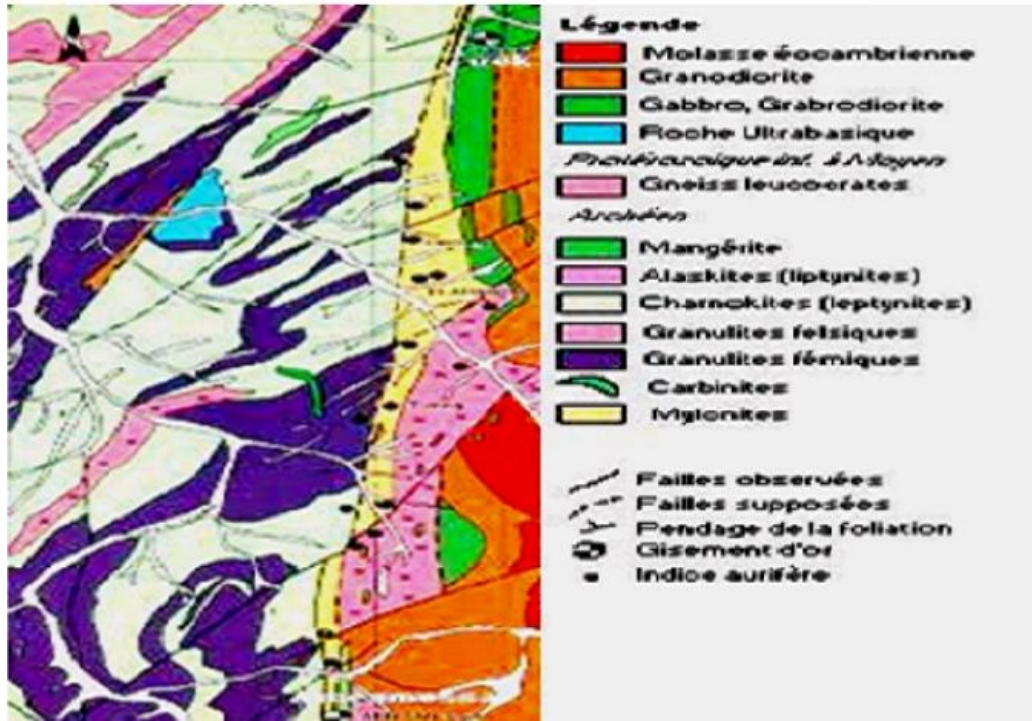


Figure II.2. Carte géologique de la région d’Amesmassa.

II.5. Propriétés technologiques des minerais

Dans le gisement d’Amesmassa sont signalés deux types de minerais : primaire et oxydé. Ce dernier forme les niveaux supérieurs des corps minéralisés dont l’extension va jusqu’au -20 -30m. Il est constitué de quartz (50-75%) de roches silicifiées, bérésitées (25- 30 %) et aussi de minéraux supergènes (hématite, malachite et azurite). [20]

La masse volumique des minerais oxydés varie entre 2,44 et 2,86 t/m³, en moyenne de 2,62 t/m³ dans les minéraux oxydés, En outre, il faut signaler qu’en plus des minerais oxydés dans la zone d’oxydation, on note souvent la présence des minéraux primaires. Les minerais mixtes existent en surface dans les zones de faible fissuration. Dans les filons constitués uniquement par du quartz, on peut constater des sulfures primaires non affectés par les processus supergènes. [20]

Tableau II.1. Composition chimique et minéralogique.

Elément majeur	%	Composition	%
SiO ₂	90	Quartz	45.6
AlO ₂	1.89	Mica	29.1
MgO	2.59	Chlorite	8.5

CaO	3.49	Feldspaths	6.7
		Pyrite	3.7
Fe₂O₃	1.86	Dolomite	3.3
TiO₂	2.02		
MnO	0.09		
P₂O₅	0.16		
Totale	99.51	Totale	98.6

II.6. Minéralisation du gisement

Le gisement d'Amesmassa appartient à la formation quartzo-aurifère à paragenèse (pyrite – galène-blende) contenant jusqu'à 5% des sulfures. Le gisement d'Amesmassa est de type filonien où l'or est disséminé dans les filons de quartz accompagné de sulfures métalliques à faible teneur. Les filons de quartz sont à faible épaisseur (0,2 à 2,0 m, rarement jusqu'à 3m, soit une épaisseur moyenne de 1,66 m) et un fort pendage. Les corps minéralisés sont encaissés dans des mylonites. [20]

III. Prélèvement et préparation des matériaux

III.1. Concassage

Le concassage a été fait par deux types de concasseurs dont on a commencé à concasser par le concasseur à mâchoire après le giratoire.

III.1.1. Concasseur à mâchoires

Dont le minerai a été écrasé entre les deux mâchoires verticales, l'une mobile et l'autre fixe. Le passage du matériau à travers l'appareil se fait par gravité. L'angle de prise est d'importance notable pour le fonctionnement de concasseur à mâchoire.

La valeur pratique de l'angle de prise :

$$\theta_p = 22 - 24^\circ$$



Figure II.3. Concasseur à mâchoires.

III.1.2. Concasseur giratoire

Il est constitué à un arbre guidé et porté. L'arbre est guidé en tête, dans un étrier, au niveau de l'intersection des axes de l'arbre et du bâti de la machine, et porté en pied par un vérin permettant le réglage et la compensation de l'usure. L'entraînement se fait en pied par l'excentrique monté le plus souvent sur bague bronze, et parfois sur roulement. Le mouvement y est transmis directement par l'intermédiaire d'un couple d'engrenages coniques formant à la fois réduction et renvoi d'angle. La chambre de broyage, largement ouverte, a pour bissectrice une génératrice quasi-verticale.



Figure II.4. Concasseur giratoire.

III.2. Echantillonnage

On a trouvé l'échantillon dans le laboratoire de génie minier dont il a été prélevé auparavant du gisement aurifère de la mine d'Amesmassa.

L'échantillonnage ayant une importance énorme que les essais, on doit prendre toutes les précautions nécessaires pour obtenir des échantillons représentatifs du gisement, et de l'état du matériau. On utilise diverses techniques, les plus utilisées étant le quartage manuel et le diviseur à couloirs.

III.2.1. Quartage manuel

Ce procédé consiste à diviser le minerai homogénéisé auparavant en quatre quarts ayant la même proportion, dont les deux quarts opposés seront ceux qui formeront notre échantillon. On peut considérer cette technique comme première réduction de l'échantillon.

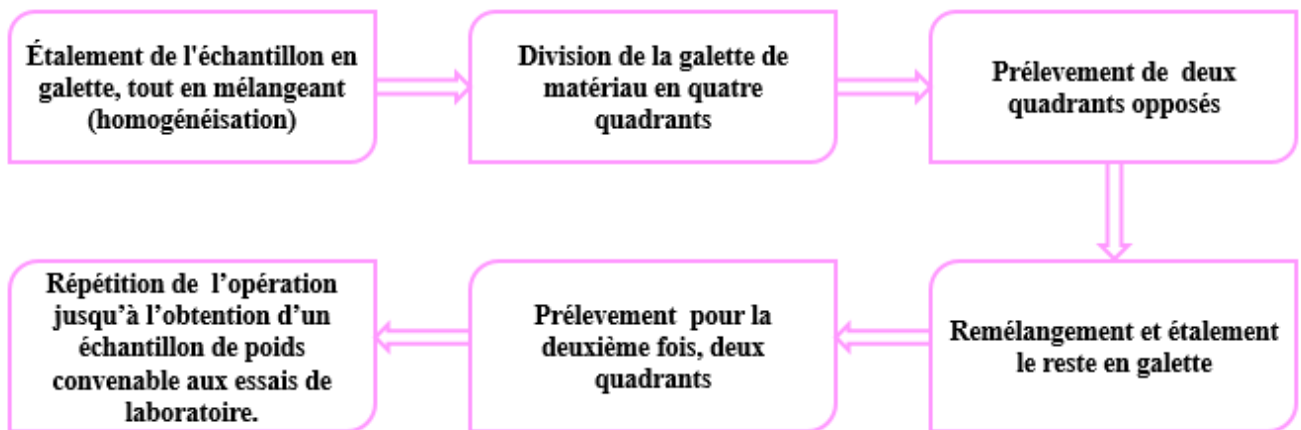
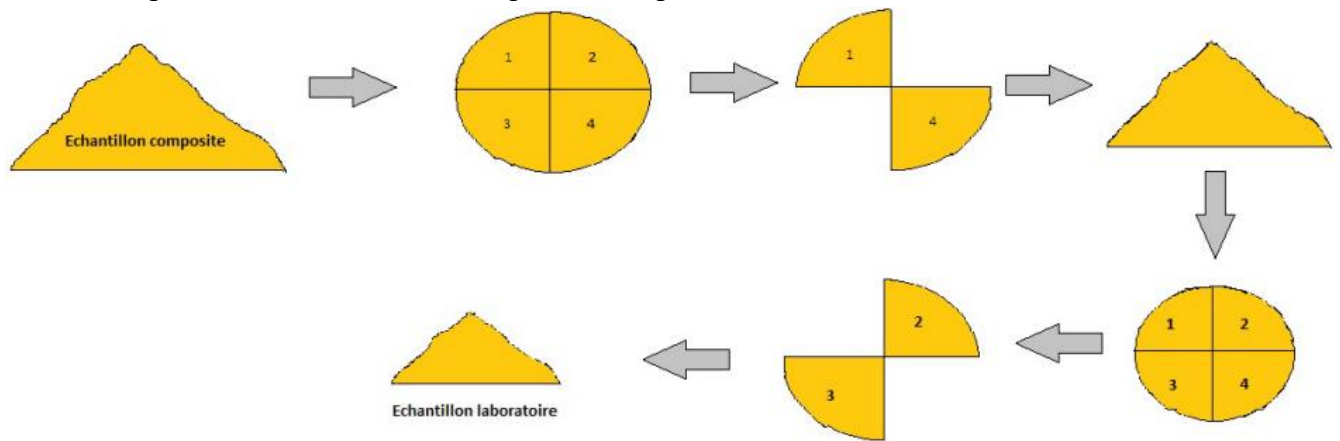


Figure II.5. Principe de quartage manuel.



Figure II.6. Quartage manuel effectué.

III.2.2. Diviseur à couloirs

On utilise des diviseurs à couloirs où chaque couloir doit avoir une longueur $l \geq 2.D$, dont D le diamètre maximal des grains. Ce procédé est utilisé pour des matériaux secs ou légèrement humides. Le nombre de chutes ou de couloirs doit être pair, avec un changement périodique de couloir à échantillonner. On répète l'opération jusqu'à l'obtention de la masse désirée.



Figure II.7. Diviseur à couloirs.

III.2.3. Échantillonnage automatique au diviseur rotatif

Une préparation d'échantillon parfaite est le fondement indispensable de toute analyse, une erreur dans la division d'échantillon se reflèterait dans les analyses analytiques. Une fois le

concassage est fait, on passe à l'échantillonnage automatique qui consiste à séparer l'échantillon en part égales dans des bocaux en verre à l'aide d'un échantillonneur, dont on règle le temps d'échantillonnage et la vitesse. Une fois l'échantillonnage est fait on récupère les huit parties pour la réalisation des différents essais de caractérisation physico- chimique, chimique et minéralogique.

III.3. Broyage

Le broyage mécanique consiste à réduire la taille des grains et des particules avant leurs traitements, le broyage a été fait par deux types de broyeurs, La pulverisette et le broyeur cylindrique à céramique.

On a commencé par le broyeur cylindrique en céramique dans le but de réduire rapidement la taille des grains ensuite on a utilisé la pulverisette pour réduire encore la taille.

Pulverisette



Broyeur cylindrique à céramique



Figure II.8.Type des broyeurs.

IV. Caractérisation des échantillons avant traitement

Pour bien déterminer la composition chimique, minéralogique et physico-chimique on a exécuté plusieurs essais de caractérisation.

IV.1. Caractérisation physico-chimique

IV.1.1. Porosité

La porosité désigne l'ensemble des vides (pores) d'un matériau solide, c'est une grandeur physique qui varie de 0 à 1 définie comme étant le rapport entre le volume des vides sur le volume total d'une roche, qui conditionne la capacité d'écoulement et de rétention d'une roche. Pour la détermination de la porosité de l'échantillon, on utilise la formule suivante :

$$P(\%) = \frac{(M_1 - M_0) \times \rho \times 100}{M_0} \dots \dots \dots (2)$$

Avec M_1 : La masse sèche ;

M_0 : La masse après trempage dans l'eau.



Figure III.9. Mode opératoire pour la détermination de la porosité.

IV.1.2. Teneur en eau

Le taux d'humidité est défini par le pourcentage d'eau contenu dans l'échantillon. Il est calculé selon la formule suivante :

$$T(\%) = \frac{(M_1 - M_0) \times 100}{M_1} \dots \dots \dots (3)$$

Avec M_1 : Poids avant séchage ;

M_0 : Poids après séchage.

IV.1.3. Densité apparente

La densité apparente est le rapport entre la masse sèche de l'échantillon et le volume apparent entre les pores inter granulaires, pour la déterminer il suffit de peser le bécher à vide et noter sa masse m_0 , on verse l'échantillon dans le bécher en formant un cône qui sera ensuite arasé à l'aide d'une règle (sans tassement). on repese et on note la masse m_1 (masse bécher + échantillon) et on calcule sa densité comme suit :

$$\rho = \frac{M_1 - M_0}{V} \dots \dots \dots (4)$$

Avec M_0 : La masse du bécher vide.

M_1 : La masse du bécher rempli.

V : Le volume du bécher utilisé.

IV.1.4. pH

Le pH est un coefficient qui permet de déterminer l'acidité ou la basicité de l'échantillon, pour qu'on puisse le déterminer, on prépare une solution composée de l'échantillon et l'eau distillée avec un rapport solide liquide égale à 1/5 (dans notre cas on a met 10 g dans 50 ml du l'eau distillée), on agite pendant 30 secondes et on laisse le reposer 20 minutes, on répète l'opération trois fois (agitation pendant 30 secondes puis repos pendant 20 minutes), après les 20 minutes de repos, on mesure le pH à l'aide d'un pH-mètre .



Figure II.10. Mesure du pH.

IV.1.5. Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique est une opération qui consiste à étudier la répartition des différents grains d'un échantillon, en fonction de leurs caractéristiques (poids, taille, etc.).

Habituellement, l'analyse granulométrique fournit les proportions de grains de différents diamètres, cette analyse peut se faire aussi bien par tamisage. Pour cela, on procède au classement des grains sur une série de tamis emboîtés les uns dans les autres. Les dimensions des mailles des tamis sont décroissantes du haut vers le bas. L'échantillon est placé sur le tamis le plus haut et par vibrations, on répartit les grains sur les différents tamis selon leur grosseur.

Les dimensions de mailles et le nombre de tamis sont choisis en fonction de la nature de l'échantillon et de la précision attendue. La dimension maximale des grains est estimée la dimension d premier tamis est divisée chaque fois par racine de 2 ($\sqrt{2}$), pour l'analyse granulométrique, la série de tamis suivante en (mm) :

Tableau II.2. Diamètre des tamis utilisés pour l'analyse granulométrique

Diamètre (mm)	5	4	2.5	1.6	1	0.8	0.5	0.315	0.2	0.16	0.1	0.08	0.063
---------------	---	---	-----	-----	---	-----	-----	-------	-----	------	-----	------	-------

Les refus des tamis sont consécutivement pesés pour déterminer le pourcentage de refus cumulés et par la suite le pourcentage des passants cumulés. Le tamisât présent au fond de la colonne est également pesé.

Le poids de l'échantillon introduit initialement doit être récupéré en fin de l'analyse avec une perte qui ne doit pas excéder les 2%. Selon les pourcentages des passants cumulés, on trace la courbe granulométrique, qui illustre le pourcentage massique des différents tamisâts en fonction de la dimension nominale d'ouverture des tamis. Il suffit de porter les divers pourcentages des tamisâts cumulés sur une feuille semi logarithmique :

- En abscisse : les dimensions des mailles, échelle logarithmique.
- En ordonnée : les pourcentages sur une échelle arithmétique.

La courbe granulométrique nous permet de calculer différents coefficients, parmi ces derniers :

- Coefficient d'uniformité :

Représente le rapport des dimensions des mailles de tamis pour lesquels il y'a respectivement 10% et 60% de passant :

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}} \dots \dots \dots (5)$$

- Coefficient de courbure :

C'est le rapport des dimensions des mailles de tamis défini par :

$$C_c = \frac{d_{30}^2}{d_{10} \times d_{60}} \dots \dots \dots (6)$$



Figure II.11. Tamiseuse vibrante RETSCH AS200.

IV.2. Caractérisation chimique

Pour bien comprendre la composition chimique de notre échantillon on a réalisé une spectrométrie à fluorescence X (XRF).

IV.2.1. Spectrométrie à la fluorescence X

La fluorescence X (XRF) est une technique d'analyse qui peut être utilisée pour déterminer la composition chimique d'une grande variété de types d'échantillons, y compris les solides, les liquides, les boues et les poudres libres. La fluorescence X est également utilisée pour déterminer l'épaisseur et la composition des couches et des revêtements. Elle peut analyser des éléments allant du béryllium (Be) à l'uranium (U) dans des gammes de concentrations allant de 100 wt% à des niveaux inférieurs au ppm.

IV.2.1.1. Principe de spectrométrie de fluorescence X

La fluorescence X est une méthode d'émission atomique similaire à la spectroscopie d'émission optique (OES), à la spectrométrie d'émission plasma (ICP) et à l'analyse par activation neutronique (spectroscopie gamma). Ces méthodes mesurent la longueur d'onde et l'intensité de la lumière (les rayons X dans ce cas) émise par les atomes énergisés de l'échantillon. En fluorescence X, l'irradiation par un faisceau de rayons X primaire depuis un tube à rayons X fluorescents dotés d'énergies discrètes caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon.

IV.2.1.2. Détermination de la composition élémentaire

La technologie utilisée pour la séparation (dispersion), l'identification et la mesure de l'intensité du spectre de fluorescence X d'un échantillon donne lieu à deux principaux types de spectromètre : les systèmes à dispersion de longueur d'onde (WDXRF) et à dispersion d'énergie (EDXRF).

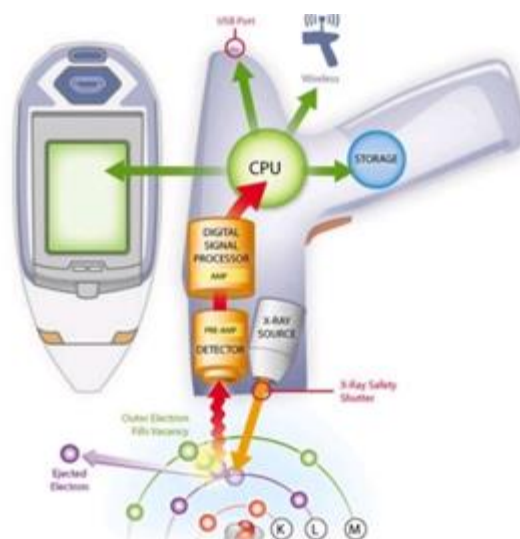


Figure II.12. Vue en coupe de l'appareil XRF Niton présentant les différents composants et illustrant son principe de fonctionnement.

IV.3. Caractérisation minéralogique

Pour bien déterminer la composition minéralogique de notre échantillon on a effectué une diffraction aux Rayons X(DRX).

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.

Le principe est le suivant : 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). La relation empirique qui relie les angles auxquels sont observés les pics et les distances entre plans atomiques est la loi de Bragg.

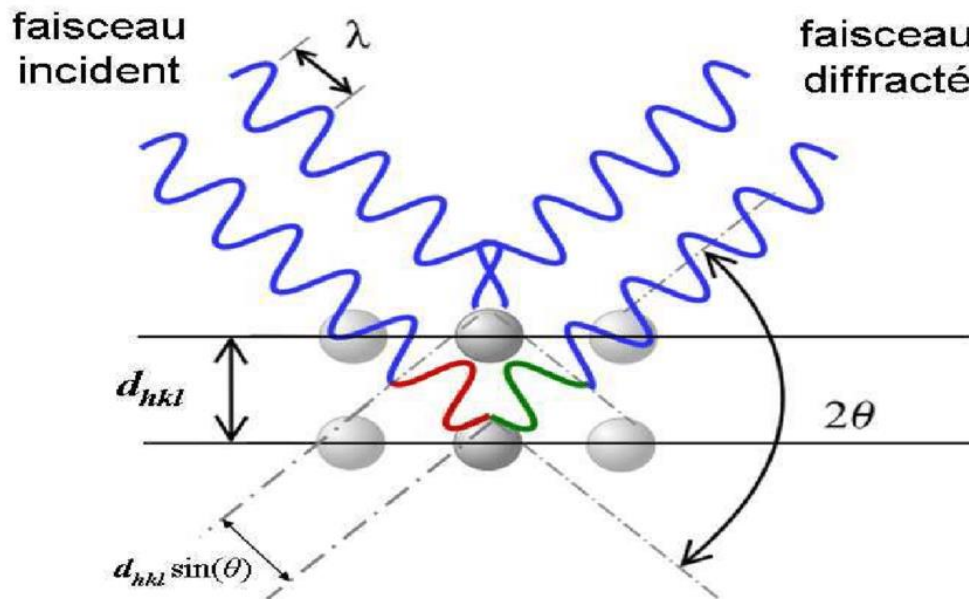


Figure II.13. Principe de la Diffraction du rayon X(DRX).

V. Description des essais

V.1. Séparation gravimétrique

Les méthodes gravimétrique sont sans aucun doute la procédure de concentration des minerais la plus ancienne la moins couteuse qui utilise aucun réactif .ces méthodes s'avèrent très avantageuses comme première étape de séparation , dont on a quatre type

- Par liquides lourds ;
- Par nappe pelliculaire fluente ;
- Centrifuges ;
- Par accélération différentielle.

Mais dans notre procédure on a utilisé la séparation par nappe pelliculaire fluente en utilisant la table à secousses de type KHD, cette méthode est basée sur la longueur du parcours effectué par une particule sur un plan incliné à la surface duquel s'écoule par gravité, Les tables comprennent une alimentation et un système de récupération des particules classifiées (compartiment séparés). La table à secousses est une table autour de l'axe longitudinal ,à laquelle on communique un mouvement de secousses périodiques selon le même axe .cette table est garnie d'obstructions ou de riffles parallèles à sa longueur ;alimentée par une pulpe à un de ses coins, elle fournit un concentré à l'extrémité étroite, opposée à celle de l'alimentation, au bout des riffles ,et un rejet à l'extrémité large, également opposée à celle de l'alimentation .généralement aussi, on alimente de l'eau de lavage perpendiculairement aux riffles.

L'essai comprend quatre étapes :

- Tamisage ;
- Préparation de la pulpe ;
- Réalisation des essais sur la table à secousses ;
- Séchage des échantillons à l'étuve à 105 °C pendant 24 heures.

On a choisi 750 g selon la capacité de la boîte d'alimentation. Le choix des tamis est lié à la granulométrie d'échantillon (la granulométrie d'échantillon était entre 4 mm et 1,6 mm). Les trois classes ont été émergées dans l'eau avec un rapport liquide solide $\frac{3}{4}$ (750 g dans un litre).L'essai a nous pris 10 minutes.



Figure II.14. Table à secousses.

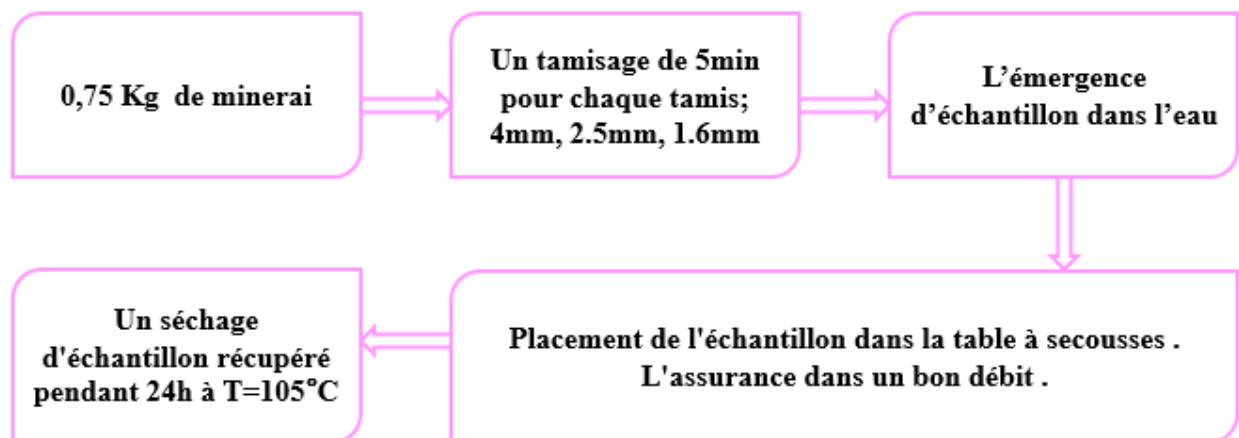


Figure II.15. Séparation gravimétrique par table à secousses.

V.2. Lixiviation chimique

Dans le secteur minier, la lixiviation est utilisée pour éliminer des métaux tels que l'or l'argent le cuivre l'aluminium et les métaux ferreux dans notre cas on a utilisé deux acide

L'acide sulfurique appelé jadis huile de vitriol ou vitriol fumant, est un composé chimique de formule H_2SO_4 c'est un acide minéral dont la force est seulement dépassée par quelques super acides .il est miscible à l'eau en toutes proportions, où il se dissocie en libérant des cations hydronium. L'acide sulfurique est l'agent de lixiviation le plus courant à partir de 1981 principalement dans lixiviation in situ pour éliminer les oxydes et les métaux lourds.

L'acide nitrique est un acide fort, trouvé dans la nature sous forme de sels (nitrates) et de formule chimique HNO_3 . C'est un oxydant fort qui attaque presque tous les métaux. Par sa capacité à séparer l'or de l'argent par dissolution de ce-dernier, il était auparavant appelé "eau-forte".

L'hydroxyde de sodium (NaOH), également appelé soude caustique, est une base forte qui se présente, à température ambiante, sous forme solide .il est constitué de cations sodium (Na^+) et d'anions hydroxyde (OH^-) .il est très soluble dans l'eau. Dans les conditions normales il se trouve sous forme solide cristalline. C'est un corps chimique minéral dont à une température ambiante un solide ionique.

Protocole

- On a pris 40g de notre échantillon pour les deux essais,
- On a ajouté l'acide nitrique pour l'échantillon 1 et l'acide sulfurique pour l'échantillon 2,
- On a mis l'échantillon sous agitation pendant 2h à température $105^{\circ}C$,
- Rinçage avec NaOH,
- Filtration par pompe,
- Séchage pendant 3h dans une étuve à une température $105^{\circ}C$.
- Les deux solutions ont été mises dans des erlenmeyers et agitées sur un agitateur magnétique pendant 2 heures,
- Rinçage à l'aide de NaOH pour éliminer les acides utilisés ;
- La durée de séchage est en fonction de la quantité du filtrat (la quantité récupérée est petite pour cela on les avait séché pendant 3 heure).



Figure II.16. Étuve utilisé pour le séchage.

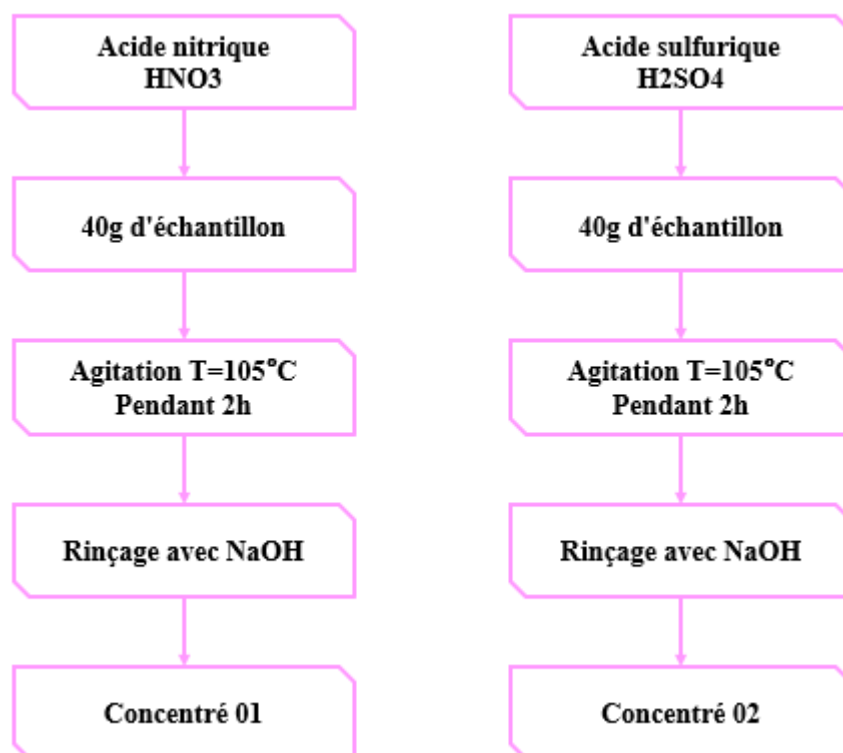


Figure II.17. Organigramme de lixiviation chimique.



Figure II.18. Lixiviation chimique.

V.3. Flottation

La flottation est une technique de séparation fondée sur les différences d'hydrophobicité que présentent les surfaces des particules à séparer. On a réalisé une flottation inverse des micas, des feldspaths et une flottation directe du quartz.

V.3.1. Flottation des micas

Le mica est le nom d'une famille de minéraux, du groupe des silicates sous-groupe des phyllosilicates formé principalement de silicate d'aluminium et de potassium. Avec le quartz et le feldspath, il est l'un des constituants du granite.

Dans cette flottation on a essayé de flotter les micas et les séparer des autres minéraux présents dans la roche (minerai d'Amesmassa). On a utilisé le dodecylamine DDA comme un collecteur des micas, l'acide sulfurique H_2SO_4 comme un régulateur de pH et déprimant, l'huile de pin comme un moussant. On a réalisé trois essais de flottation (des micas) à trois concentrations différentes de DDA.

L'acide sulfurique (H_2SO_4) est le plus fort des acides simples. Ce diacide est incolore et inodore. Dans l'eau, il libère des ions hydroniums, H_3O^+ , et des ions sulfates, SO_4^{2-} .

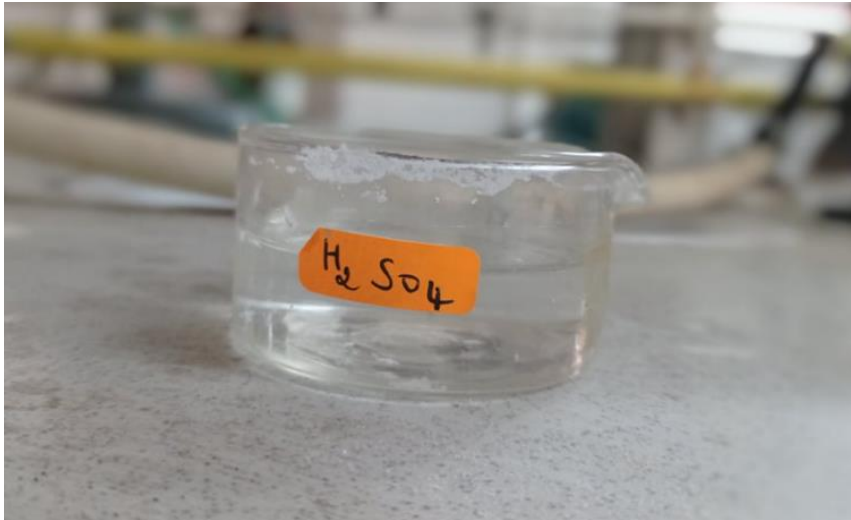


Figure II.19. Acide sulfurique préparé pour la flottation des micas.

Dodecylamine poudre blanche cristalline d'odeur caractéristique insoluble dans l'eau et soluble dans l'éthanol, il pourra se décomposer, en le brûlant (cela produit des fumées toxiques, notamment d'oxydes d'azote).

La solution aqueuse est une base faible .réagit avec les acides, les anhydrides d'acides, les chlorures d'acides et les oxydants.

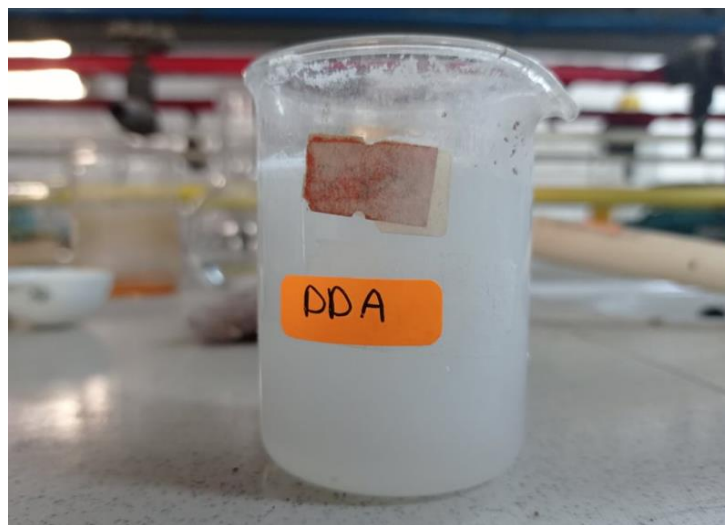


Figure II.20. DDA préparé pour la flottation des micas.

Tableau II.3. Les paramètres utilisés pour la flottation des micas.

Collecteur	DDA	100 g/t
		200/t
		300 g/t
Régulateur du pH	H ₂ SO ₄	pH=2.5
Moussant	Huile de pin	Une goutte

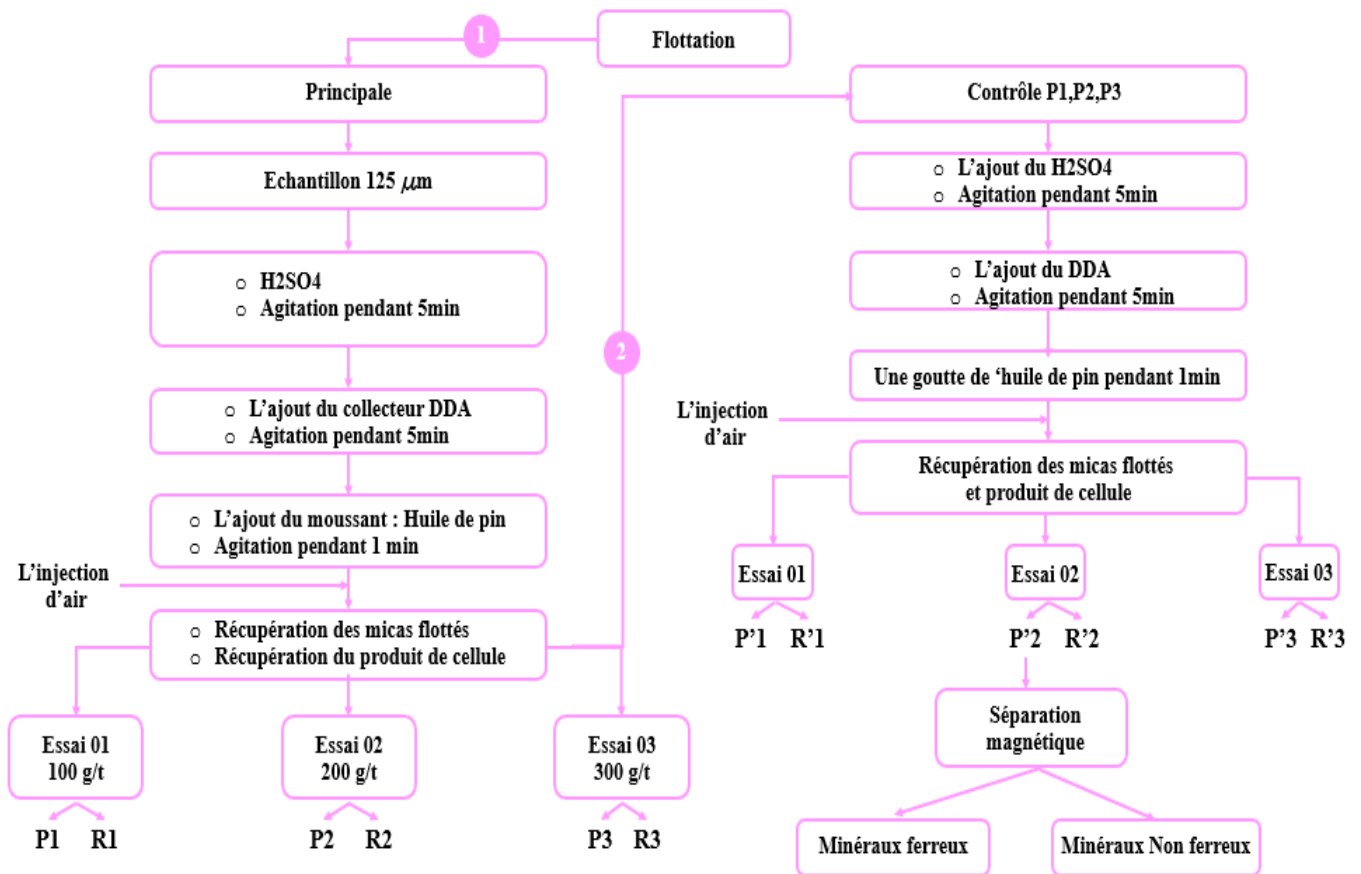


Figure II.21. Processus de la flottation des micas et séparation magnétique des minéraux ferreux.

Avec :

P: produit de cellule

R: produit de mousse.

On a fixé les consommations du DDA et du H₂SO₄ a partir des essais déjà fait ils ont montrés que les valeurs optimales sont entre (200 et 300) g/t pour DDA et un pH=2.5.



Figure II.22. Processus de la flottation des micas suivi par une séparation magnétique.

V.3.2. Flottation des feldspaths

Le produit résultant de la flottation des micas, on va l'utiliser pour une deuxième flottation des feldspaths.

Les feldspaths correspondent à un groupe de minéraux de même composition chimique $KAlSi_3O_8$, dont l'orthoclase et le microcline, qui se distinguent uniquement par leur structure cristalline. L'orthoclase est monoclinique tandis que le microcline est triclinique.

L'acide fluorhydrique HF est un produit chimique clef dans de nombreuses industries notamment comme agent de traitement de surfaces (verre, métaux, céramiques...) ou comme additif de réaction, très corrosive et toxique de fluorure d'hydrogène.



Figure II.23. HF préparé pour la flottation du feldspath.

Tableau II.4. Flottation des feldspaths.

Flottation des micas (détaillé dans la section V.3.1)	Collecteur	DDA	300 g/t
	Déprimant du quartz et régulateur du pH	H ₂ SO ₄	pH=2.5
	Moussant	Huile de pin	Une goutte
Flottation des feldspaths	Collecteur	DDA	300 g/t
	Déprimant du quartz et régulateur du pH	HF	2700 g/t
			3000 g/t
			3500 g/t
Moussant	Huile de pin	Une goutte	

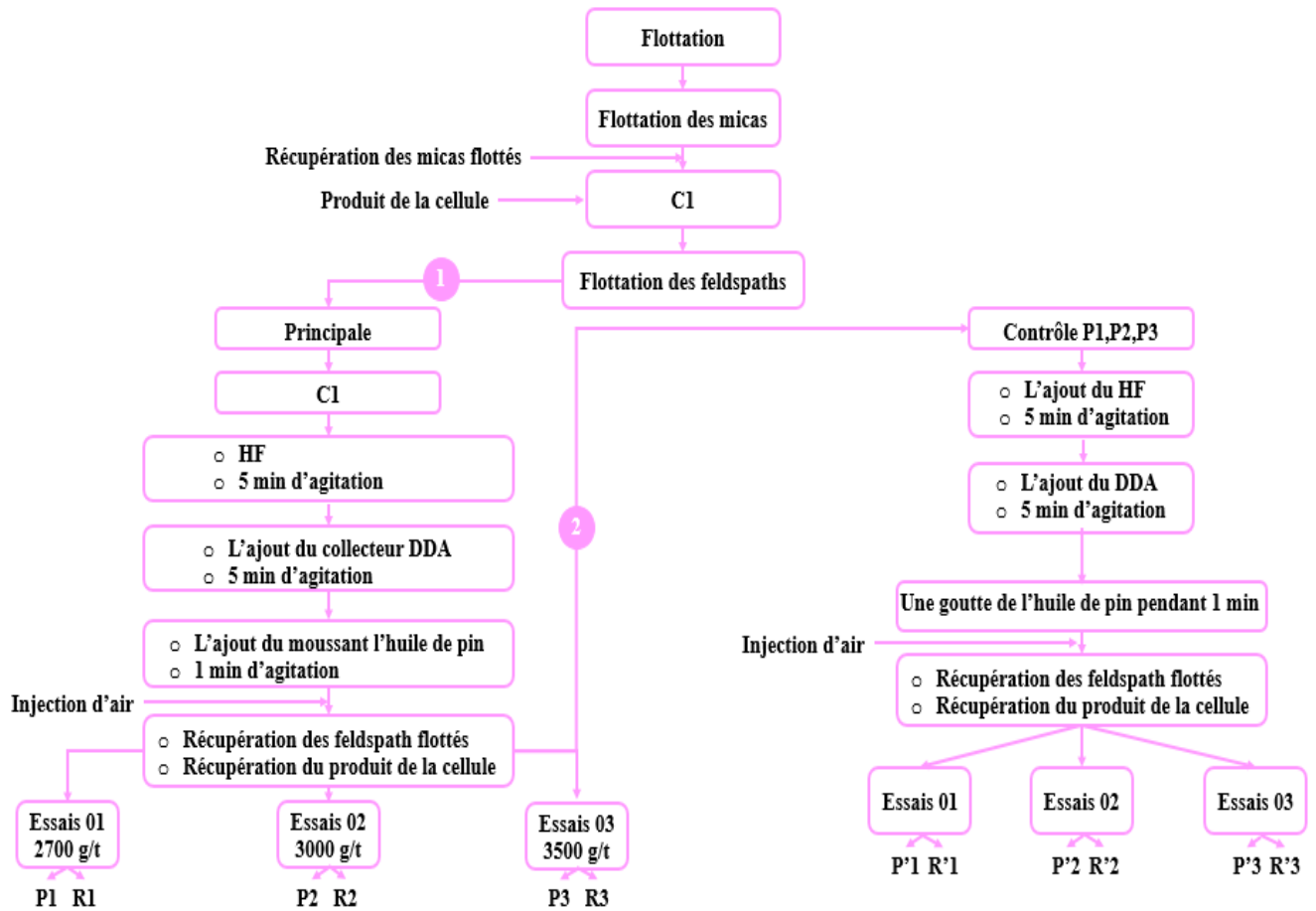


Figure II.24. Flottation des feldspaths.

Avec :

P: produit de cellule

R: produit de mousse.



Figure II.25. Le processus de la flottation des micas suivis par une flottation des feldspaths.

V.3.3.Flottation complète du quartz

Dans cette flottation on a combiné entre les 3 flottations précédentes, on a commencé par une flottation des micas suivis par une flottation des feldspaths et on a terminé par une flottation du quartz.

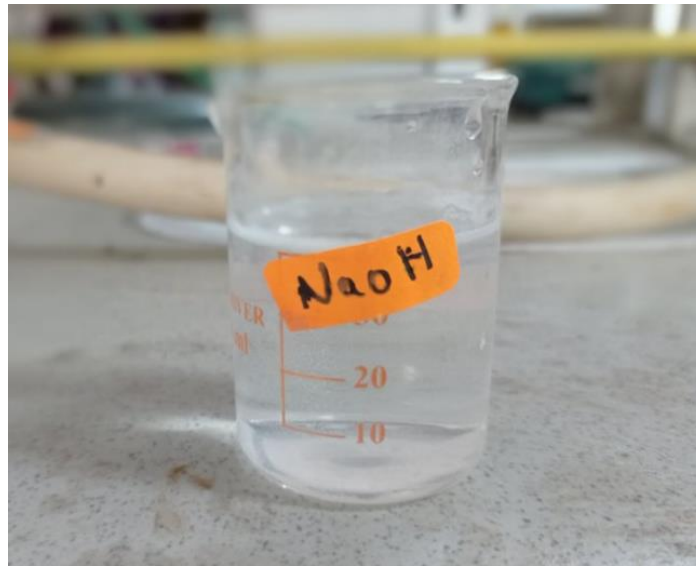


Figure II.26. NaOH préparé Pour la flottation du quartz.

Tableau II.5. Flottation complète du quartz.

Flottation des micas (détaillé dans la section V.3.1)	Collecteur	DDA	300 g/t
	Déprimant du quartz et régulateur du pH	H ₂ SO ₄	pH=2.5
	Moussant	Huile de pin	Une goutte
Flottation des feldspaths (détaillé dans la section V.3.2)	Collecteur	DDA	300 g/t
	Déprimant du quartz et régulateur du pH	HF	2700 g/t
	Moussant	Huile de pin	Une goutte

Flottation du quartz	Collecteur	Acide oléique	50 g/t
			100 g/t
			150 g/t
	Régulateur du pH	NaOH	pH=10
	Moussant	Huile de pin	Une goutte

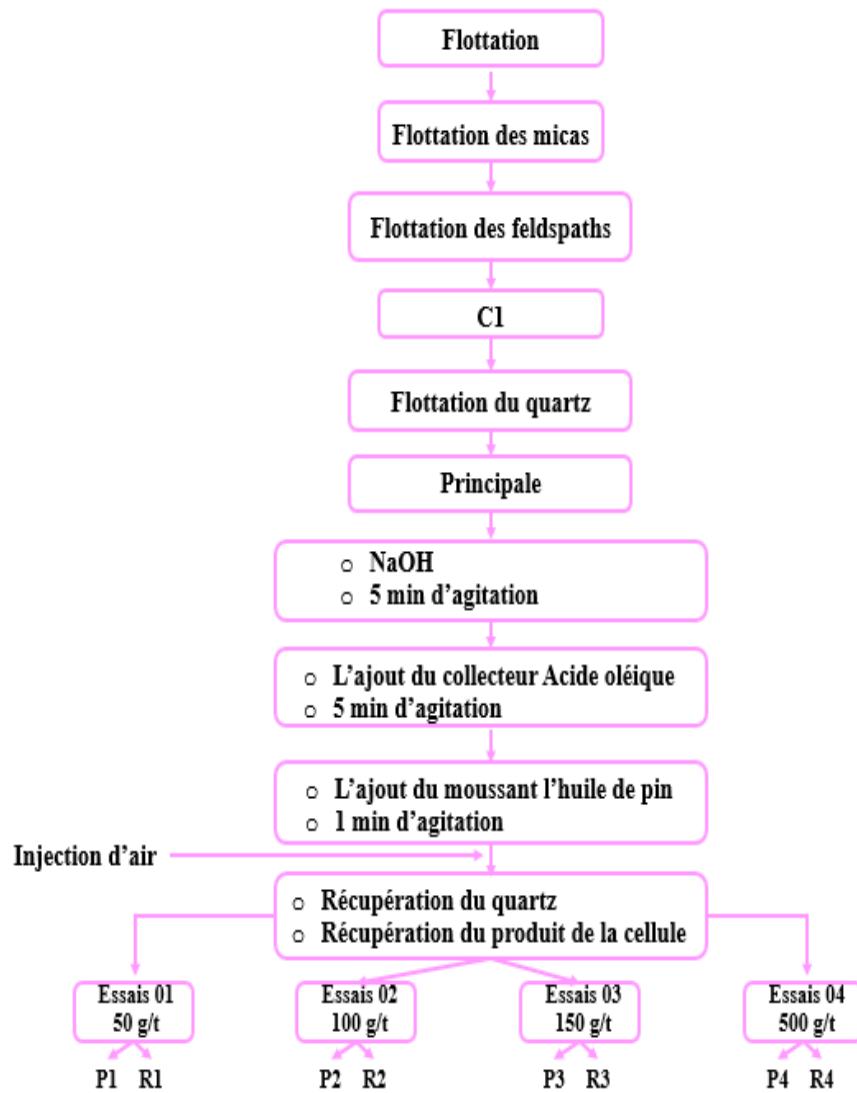


Figure II.27. Flottation complète du quartz.

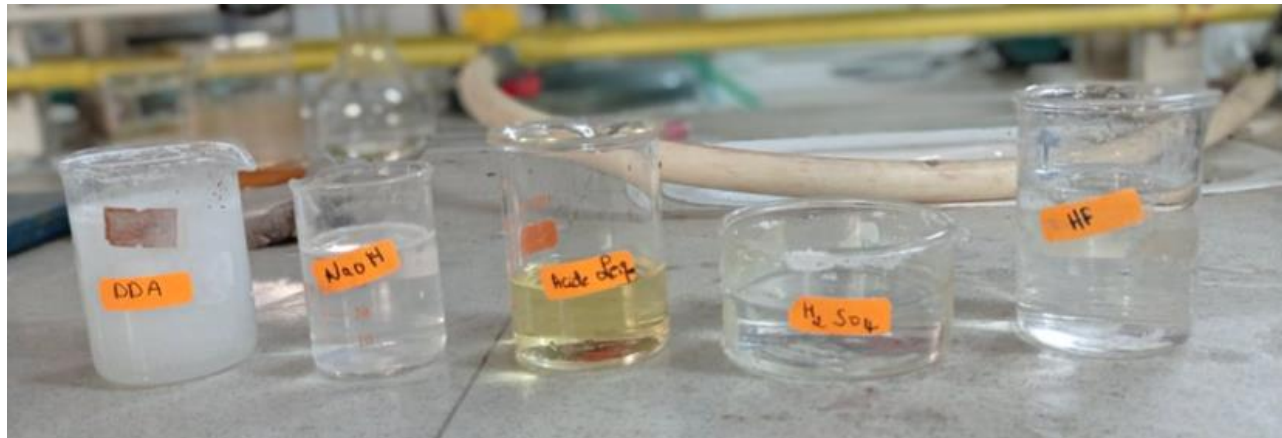


Figure II.28. Les solutions préparées pour la flottation complète du quartz.





Figure II.29. Le processus de la flottation complète du quartz.

V.4. Essais primaires

Les essais primaires sont les 1^{ers} essais effectués, à travers des résultats obtenus on a déterminé le protocole de flottation.

V.4.1. Flottation du quartz

Tableau II.6. Les paramètres utilisés pour la flottation du quartz.

Collecteur	Acide oléique	500 g/t
NaOH Régulateur pH	NaOH	pH=10
Moussant	Huile de pin	Une goutte

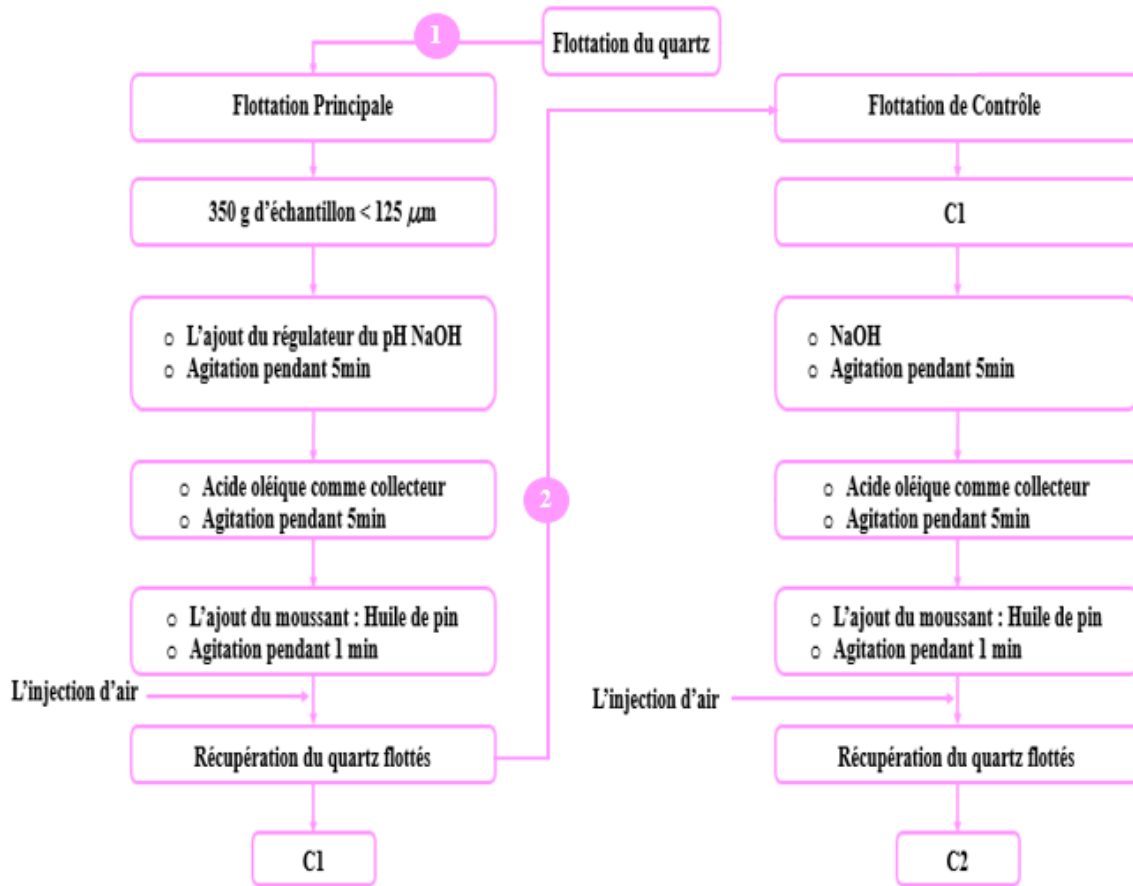


Figure II.30. Flottation du quartz en utilisant l'acide oléique directement sur l'échantillon.

Avec :

C1, C2 : produit de mousse

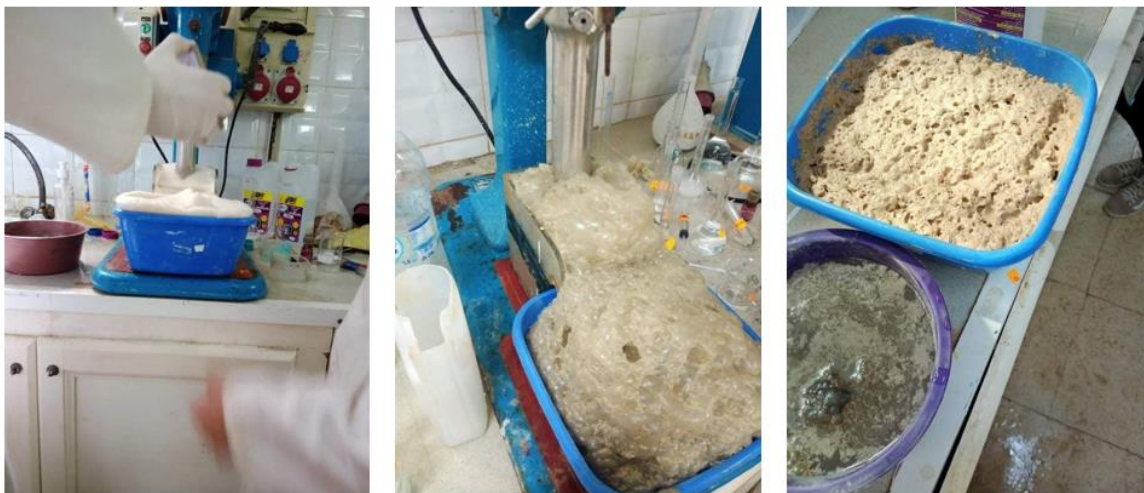


Figure II.31. Processus de la flottation du quartz en utilisant l'acide oléique directement sur l'échantillon.

V.4.2. Flottation du quartz suivie par un lavage

Dans cette flottation on a procédé vers la fin pour un lavage chimique pour éliminer la présence de différents collecteurs.

Tableau II.7. Flottation du quartz.

Flottation des micas	Collecteur	DDA	300 g/t
	Déprimant du quartz régulateur du pH	H ₂ SO ₄	pH=2.5
	Moussant	Huile de pin	Une goutte
Flottation du quartz	Collecteur	Acide oléique	150 g/t
	Régulateur du pH	NaOH	pH=10
	Moussant	Huile de pin	Une goutte
Lavage chimique	Eliminer les oxydes de fer	HCl + Acide nitrique	

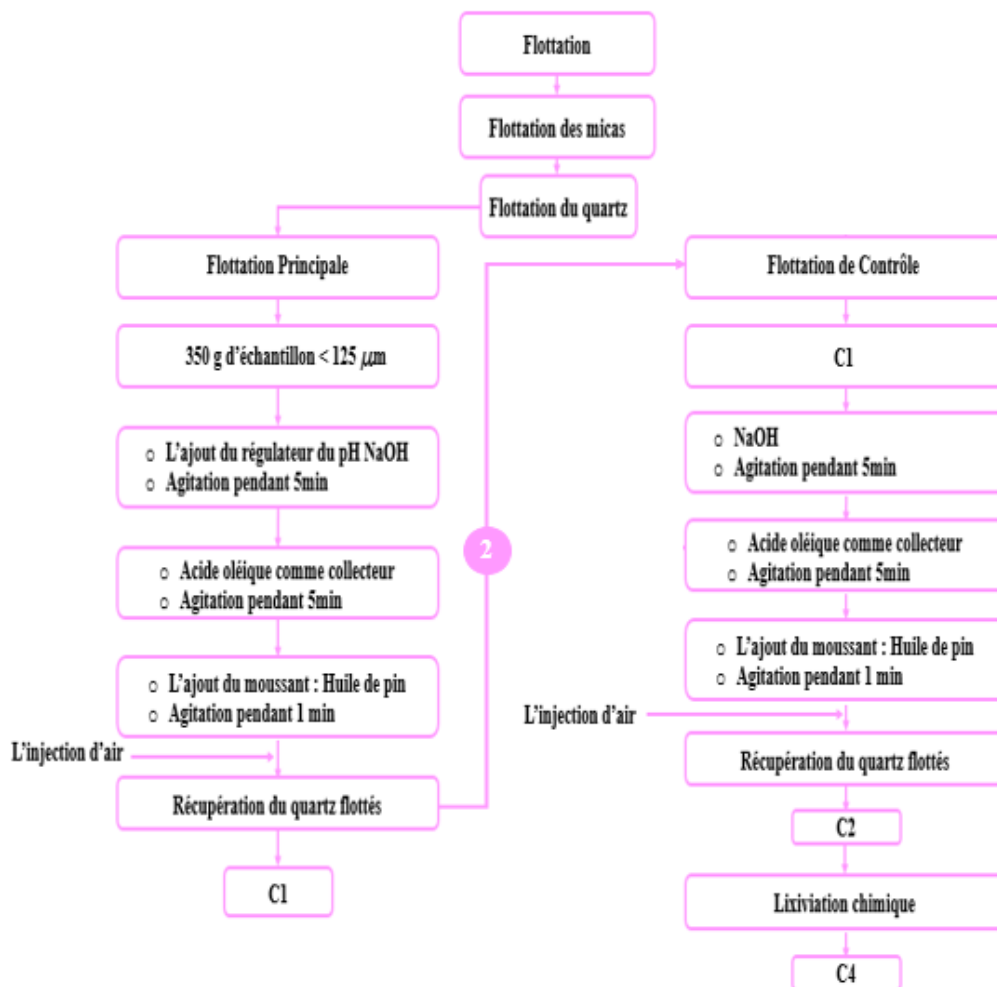


Figure II.32. Flottation du quartz suivie par une lixiviation chimique.



Figure II.33. Processus de la flottation du quartz suivie par une lixiviation chimique.

V.4.3. Flottation complète du quartz pour un échantillon cyanuré

Dans cette flottation on a pris un échantillon cyanuré et on a appliqué le protocole idéal obtenu déjà.

Tableau II.8. Flottation complète du quartz.

Flottation des micas	Collecteur	DDA	300 g/t
	Déprimant du quartz et régulateur de pH	H ₂ SO ₄	pH=2.5
	Moussant	Huile de pin	Une goutte
Flottation des feldspaths	Collecteur	DDA	300 g/t
	Déprimant du quartz et régulateur de pH	HF	2700 g/t
	Moussant	Huile de pin	Une goutte
Flottation du quartz	Collecteur	Acide oléique	150 g/t
	Régulateur de pH	NaOH	pH=10

	Moussant	Huile de pin	Une goutte
--	----------	--------------	------------

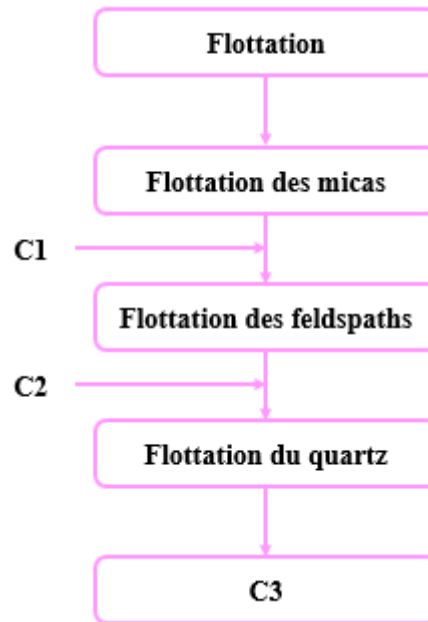


Figure II.34. Flottation du quartz pour un échantillon cyanuré.

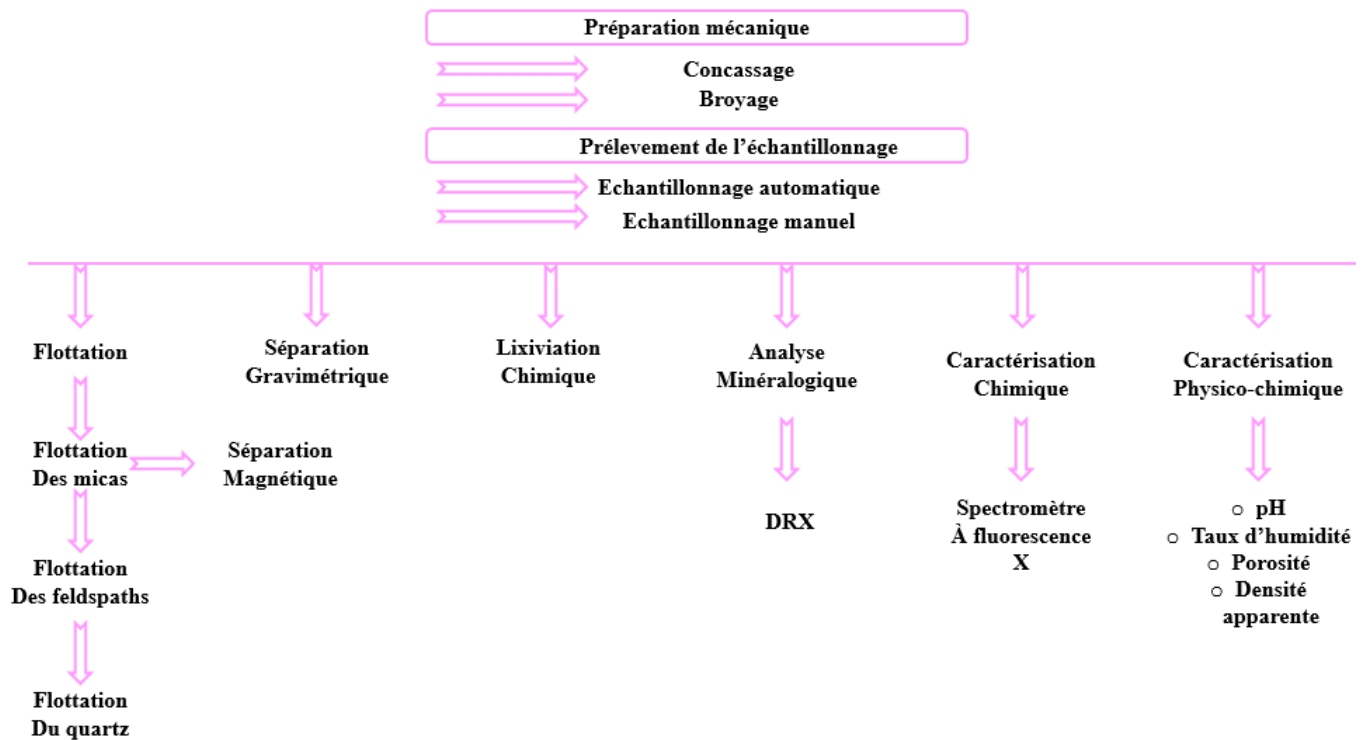


Figure II.35. Récapitulation sur les méthodes utilisées.

Chapitre III :

Résultats et discussions

Introduction

Dans le chapitre présent on va présenter tous les résultats des essais expérimentaux déjà fait précédemment et leurs interprétations avec l'ordre suivant

- Les propriétés physico-chimiques, chimiques, minéralogiques.
- Les résultats des essais de séparation (gravimétrique, lixiviation chimique, flottation et séparation magnétique).

I. Caractérisation des échantillons avant traitement

I.1. Caractérisation physico-chimique

Les résultats des tests de caractérisation physico-chimiques sont recensés ci-dessous :

I.1.1. Porosité

La valeur de porosité est présentée dans le tableau (III.1) ci-dessous

Tableau III.1. Les valeurs utilisées pour le calcul de la porosité d'échantillon.

Matériaux	N° de l'essai	M ₀	M ₁	P (%)
Minéraux	01	200	219	25.65

Interprétation des résultats

La valeur de la porosité obtenue du minerai d'Amesmassa est moyenne (<40%). elle est de 25.65%.

I.1.2. Teneur en eau

Tableau III.2. Les valeurs utilisées pour le calcul de la teneur en eau.

Matériaux	M _h	M _s	Masse de l'eau	w(%)
Essai 01	5	4.48	0.52	11.60

I.1.3. Densité apparente

Les résultats de la densité apparente sont représentés dans le tableau (III.3).

Tableau III.3. Valeurs de densité apparente.

Matériaux	N° de l'essai	V (ml)	M ₀ (g)	M ₁ (g)	Densité apparente (g/cm ³)
Echantillon 1	01	80	50	260	2.62
Echantillon 2	02	125	52	381	2.63
Echantillon 3	03	200	90	595	2.52

$$P=2.60 \text{ g/cm}^3$$

Avec V : Volume du bécher ;

M₀ : Masse du bécher vide ;

M₁ : Masse du bécher + échantillon.

Interprétation des résultats

On remarque que tous les résultats de la masse volumique apparente sont entre le 2 et le 3.

I.1.4. pH

Les valeurs du pH obtenues sont représentées dans le tableau (III.4).

Tableau III.4. Valeurs du pH.

Matériaux	Essai 01	Essai 02
pH	7.01	7.11

Interprétation des résultats

D'après les résultats obtenus des essais de pH sur notre échantillon, les valeurs obtenues sont comprises entre le 7.01 et le 7.11, donc notre échantillon est très peu alcalin proche du neutre. La nature de pH est expliquée par le fait que l'échantillon est brut, il n'a jamais subi traitement chimique (comme l'ajout de soude NaOH qu'il lui rendre alcalin), et le fait que l'échantillon ne contient pas de sulfures explique le manque d'acidité.

I.1.5. Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique a donné les valeurs Tableau (III.5), courbe Figure (III.1), et coefficient d'uniformité et courbure Tableau (III.6).

Tableau III.5. Analyse granulométrique.

Fraction	5	4	2.5	1.6	1	0.8	0.5	0.315	0.2	0.16	0.1	0.08	0.63	Fond
Refus (g)	37	67	407	487	275	75	135	77	58	24	34	22	4	5
Refus cumulés (g)	37	104	511	998	1273	1348	1483	1560	1618	1642	1676	1698	1702	1707
Refus cumulés (%)	2.16	6.08	29.88	58.36	74.44	78.83	86.72	91.22	94.61	96.02	98.01	99.29	99.53	99.82
Tamisâts cumulés (%)	97.84	93.82	70.12	41.64	25.56	21.17	13.28	8.78	5.39	3.98	1.99	0.71	0.47	0.18

Pourcentage de la perte :

$$3/1710 = 0,0017 \%$$

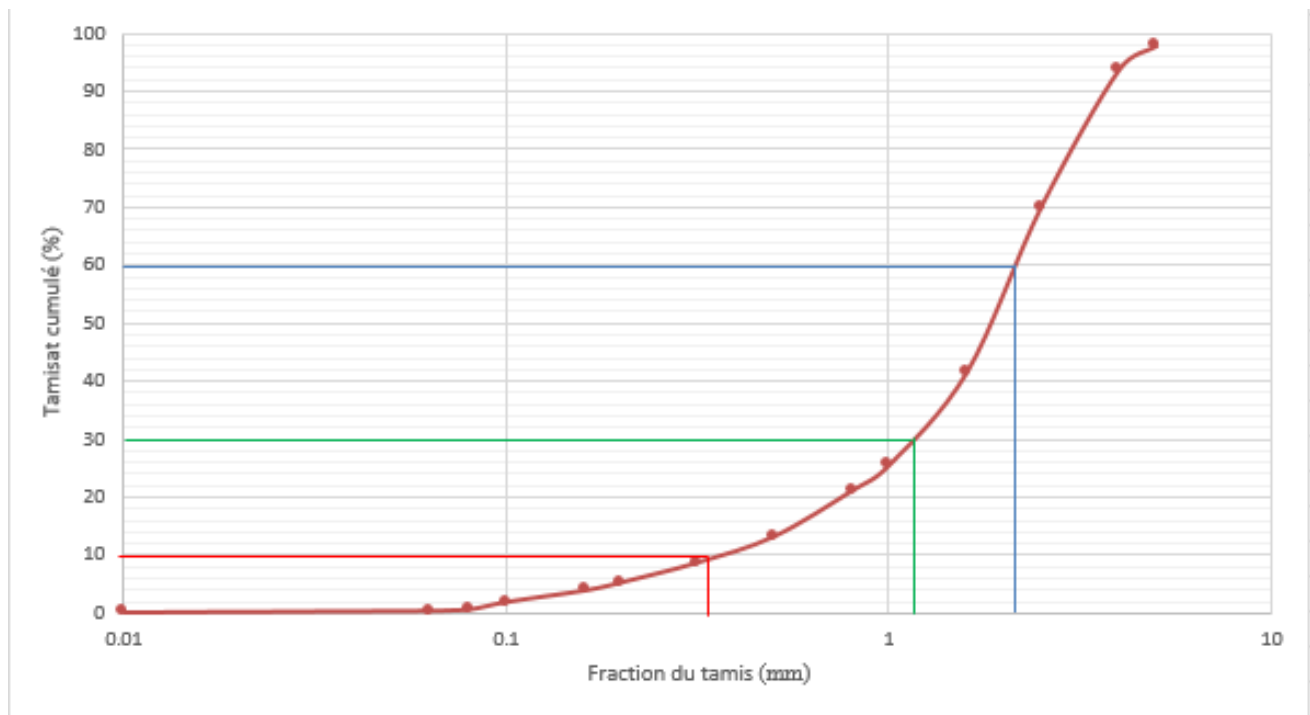


Figure III.1. Courbe granulométrique d'échantillon.

Tableau III.6. Coefficient de courbure et d'uniformité d'échantillon.

Matériaux	
d₁₀ (mm)	0.37
d₃₀ (mm)	1,16
d₆₀ (mm)	2.18
Coefficient de courbure $C_c = \frac{d_{30}^2}{d_{60} \times d_{10}}$	1.66
Coefficient d'uniformité $C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$	5.89

Interprétation des résultats

D'après la courbe représentante de la distribution granulométrique de l'échantillon, et d'après les valeurs des coefficients de courbure C_c et d'uniformité C_u des sols, nous pouvons dire que la courbe est discontinue elle représente un sol bien gradué selon le coefficient de courbure C_c qui égale à 1,66 ($1 < C_c < 3$) et présente une granulométrie semi-étalée selon le coefficient d'uniformité C_u qui égale à 5,89 ($5 < C_u < 20$). La composition de l'échantillon est très variée, ce sol est composé presque de 46,15% de sable grossier dont le diamètre varie entre (200 μ m et 2mm), environ 23,07% de graviers (diamètre > 2mm) et avec 30,76% de sable fin (diamètre < 200 μ m).

I.2. Caractérisation Chimique

La caractérisation chimique s'est effectuée via des tests à la fluorescence aux rayons X au laboratoire de «HTDS », les résultats obtenus sont détaillés ci-dessous :

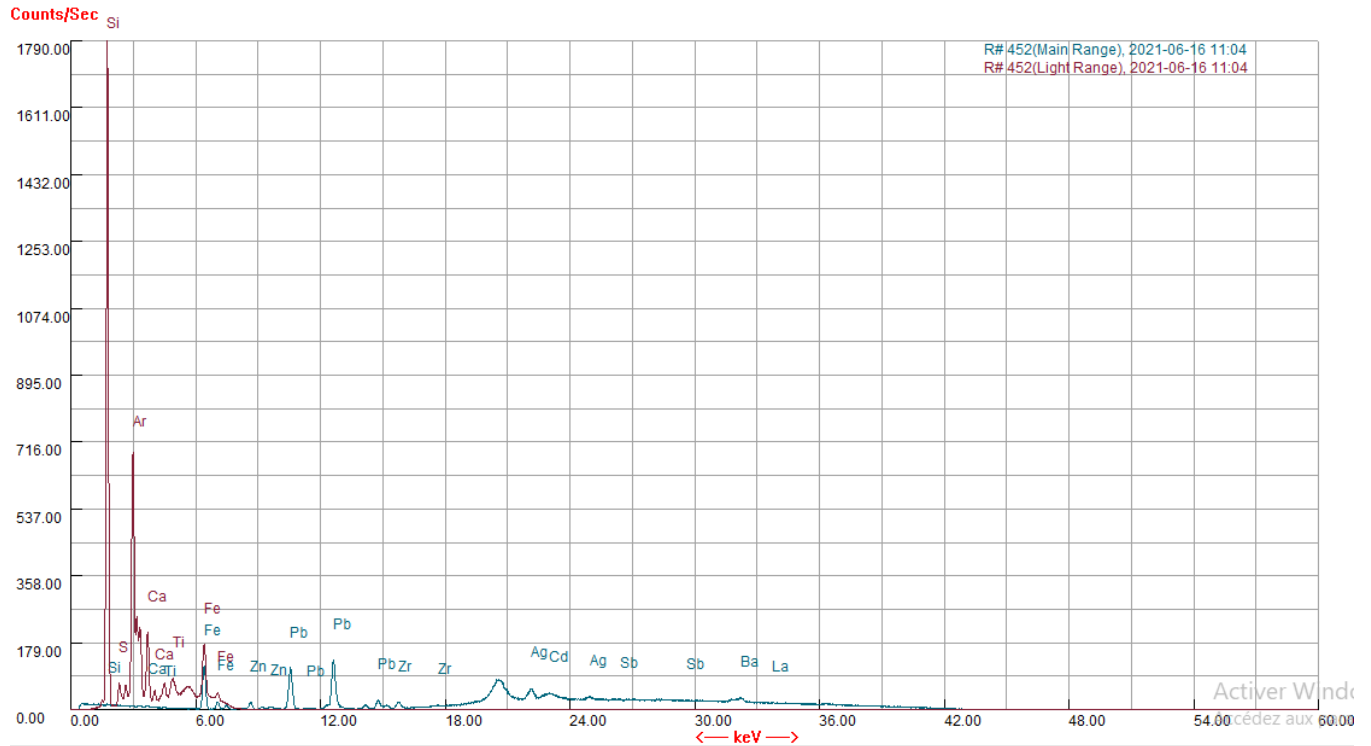


Figure III.2.Courbe XRF de l'échantillon

Tableau III.7. Analyse XRF de l'échantillon.

Eléments chimique	Pb	S	Mn	Fe	Zn	Rb	Sr	Zr	Mo	Th	Au	Al	Si	P
%	0.57	0.90	0.029	2.73	0.095	0.001	0.01	0.01	0.0007	0.005	0.003	2.1	93.2	0.3

Interprétations des résultats

L'échantillon d'Amesmassa contient de grande concentration de Si .et de concentration faible de Al, Fe et de très faibles concentrations de Pb, S, Mn, Zn, Rb , Sr , Zr, Mo, Th, Au, P.

Le tableau (III.7) illustre l'analyse chimique XRF de notre échantillon brut , cet analyse a relevé que l'échantillon contient 14 éléments chimique , avec une très forte concentration de silicium 93,2%, suivi par le fer 2,73% et l'aluminium 2,1%, l'échantillon contient beaucoup d'éléments mineurs qui sont : le soufre S avec une proportion de 0,9 % , le plomb Pb avec une proportion de 0,57 % et le phosphore avec 0.3% . l'échantillon contient aussi beaucoup d'éléments et non métalliques en trace , métallique comme : le manganèse Mn (0,029%) suivi du zinc Zn (0,095 %), Strontium Sr et le Zirconium Zr de même proportion (0,01%), du thorium Th (0.005 %), du l'or Au avec 0,003% et finalement par le Rubidium Rb avec 0,001 % et le molybdène 0,0007 % .

Le graphe (III.2) représente les pourcentages des éléments chimiques de notre échantillon brut en fonction d'énergie nucléaire, on remarque bien que le silicium Si représente l'élément le plus abondant dans notre échantillon, avec un pourcentage moyen de Fer et d'aluminium, on relève aussi la présence des éléments mineurs comme le soufre, le plomb, le phosphore. Pour les éléments en trace, il existe plusieurs éléments qui sont les suivants : le manganèse, le zinc, le strontium, le zirconium, Thorium, l'or et finalement le rubidium et le molybdène.

I.3. Caractérisation minéralogique

L'analyse minéralogique de l'échantillon a été réalisée au Centre d'Etudes et des services Technologiques de l'Industrie des Matériaux CETIM Boumédres au moyen de la diffraction des rayons X les résultats obtenus sont détaillés ci-dessous :

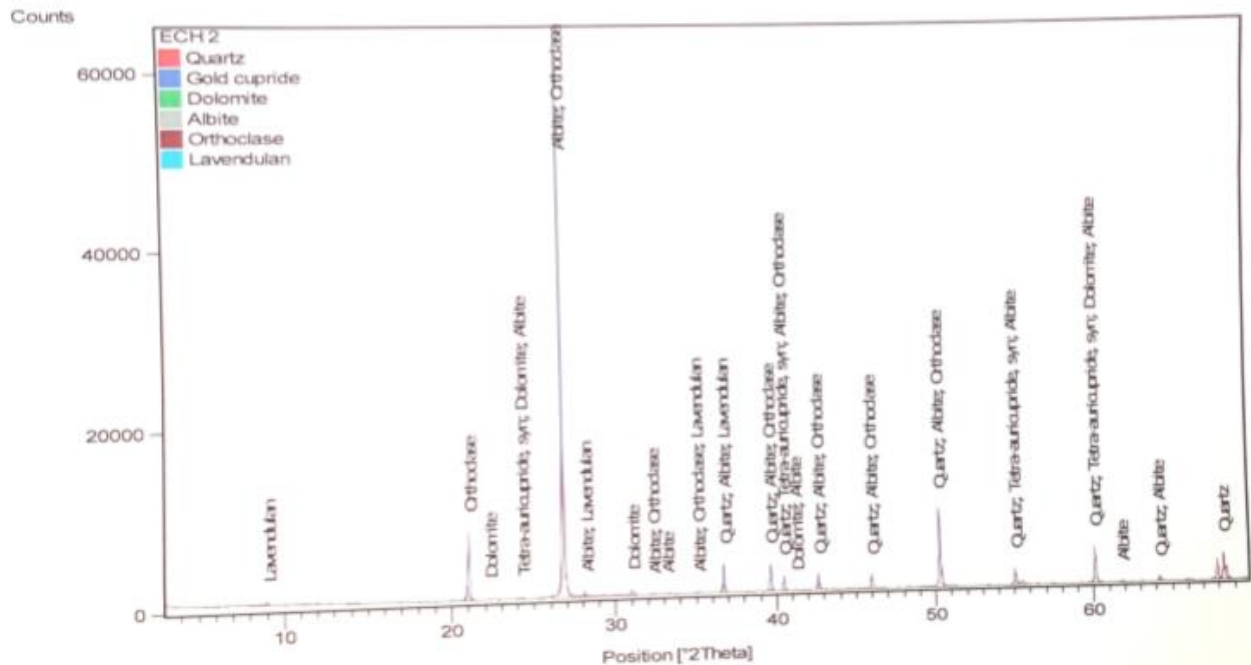


Figure III.3. Spectre de la diffraction X (minéral).

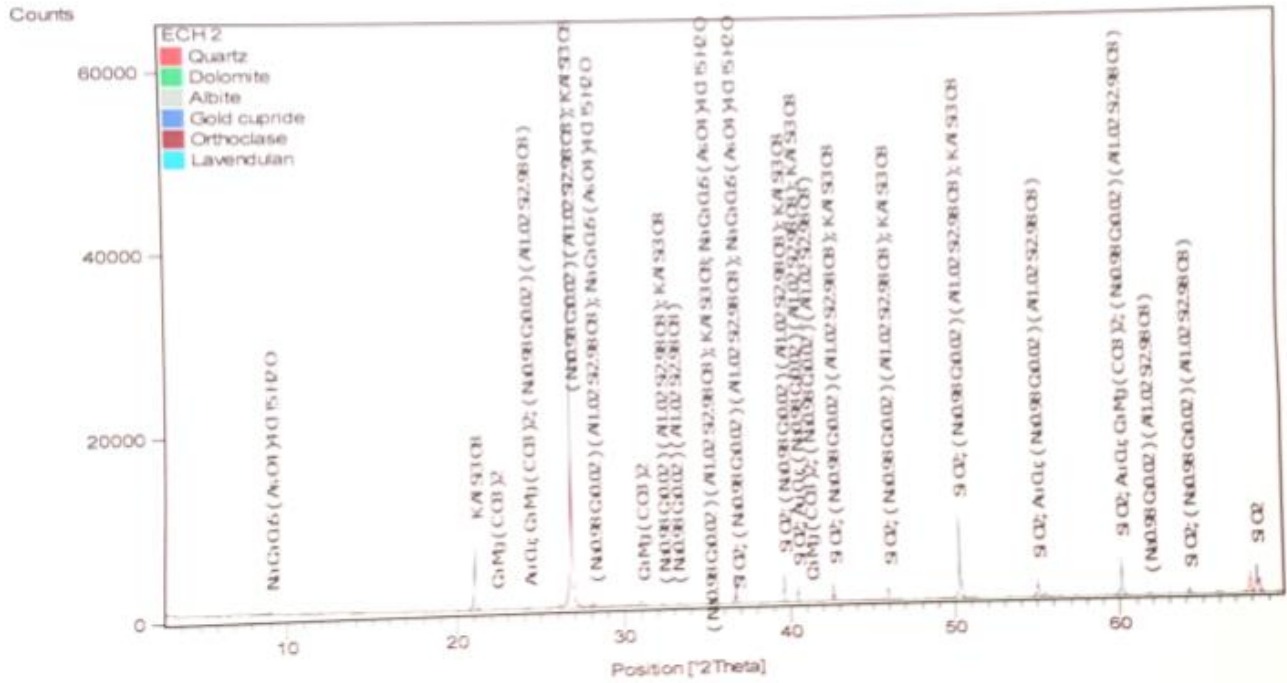


Figure III.4. Spectre de la diffraction X (formules chimiques).

Tableau III.8. Composition minéralogique de l'échantillon brut

Composition minéralogique	SiO ₂	SO ₂	F ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	ZnO	PbO
%	90.04	1.07	1.86	1.59	0.06	0.29

Interprétation des résultats

Les spectres de l'analyse DRX réalisés sur notre échantillon, nous ont permis d'identifier la composition minéralogique des différentes phases cristallines, qui sont le quartz, la dolomite, l'albite, l'orthose, le lavendulan et le cupride d'or.

- Le quartz (SiO₂) : c'est la phase cristalline qui présente la majeure partie de l'échantillon, on remarque que presque tous les pics d'intensité représentent le quartz, la majorité de l'or est disséminée dans ce minéral.
- L'albite (NaAlSi₃O₈) et l'orthose (KAlSi₃O₈) : deux espèces minérales du groupe des silicates sous-groupe des tectosilicates se présentent mais avec une quantité inférieure au quartz, ces minéraux peuvent contenir l'or mais à une faible concentration.
- La dolomite (CaMg(CO₃)₂) et le lavendulan (CaAl₂Si₂O₇(OH)₂-H₂O) : ce sont des minéraux accompagnateurs détectés en traces.
- Le cupride d'or (Au-Cu) : l'existence des pics de cette phase cristalline confirme la présence de l'or dans notre échantillon.

II. Description des essais

II.1. Séparation gravimétrie

Le tableau (III.9) et la courbe (III.5) et la figure (III.6) résument les résultats de la séparation gravimétrique réalisée par table à secousses.

Tableau III.9. Valeurs de la séparation gravimétrique.

Zones	SiO ₂ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)
1	95.42	3.94
2	95.78	3.18
3	96.07	3.02
4	98.71	1.11

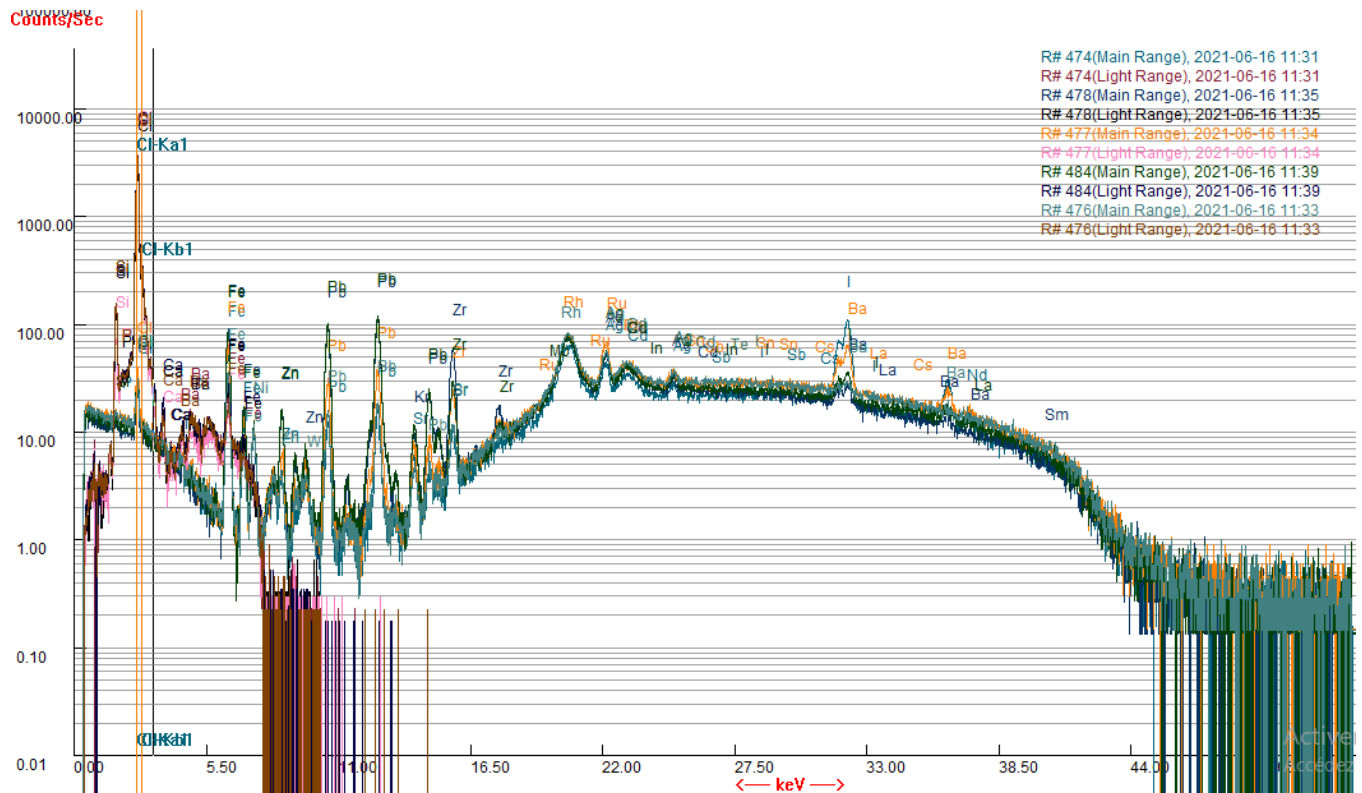
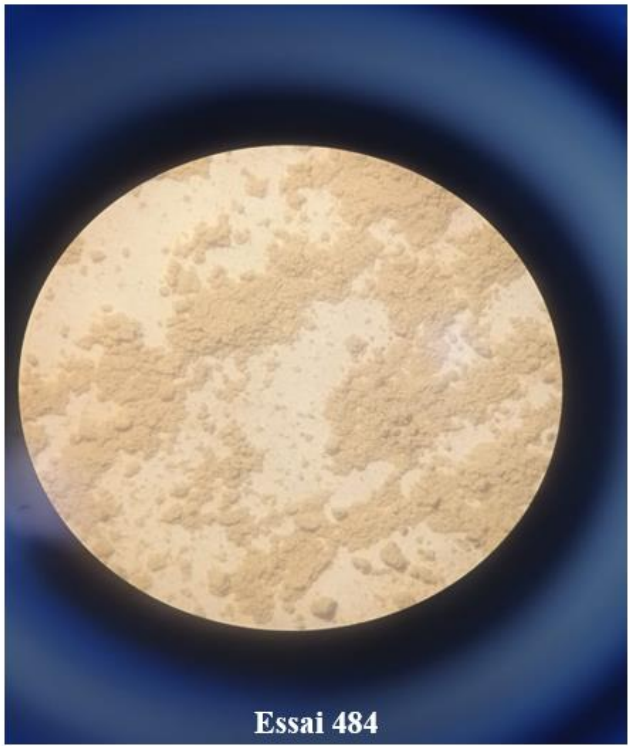
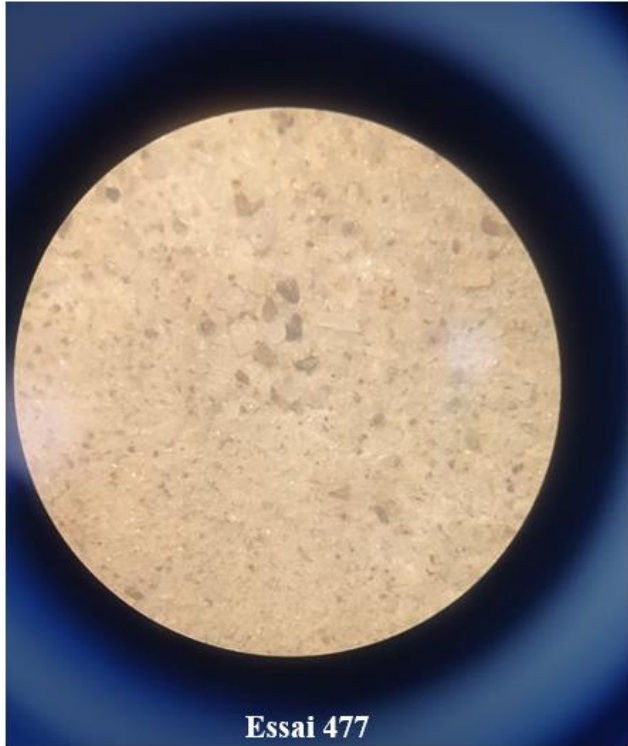
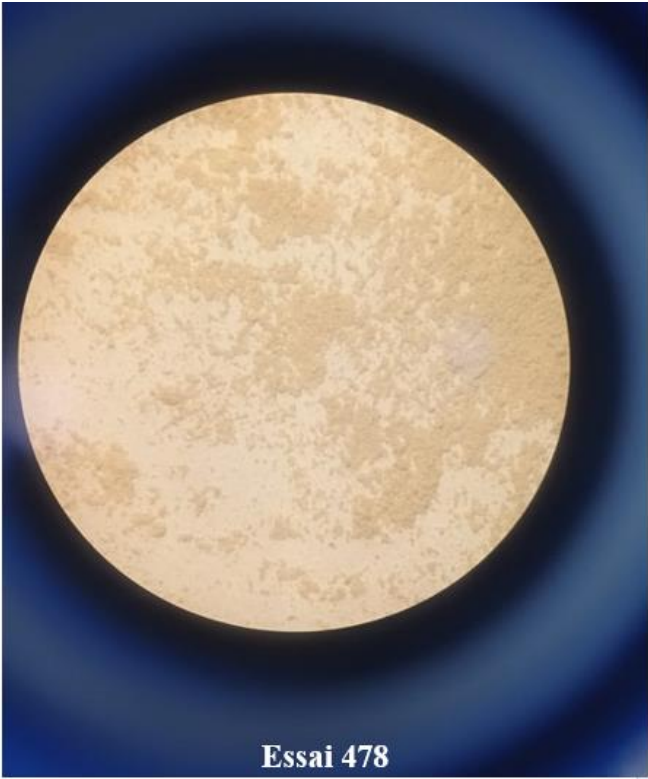
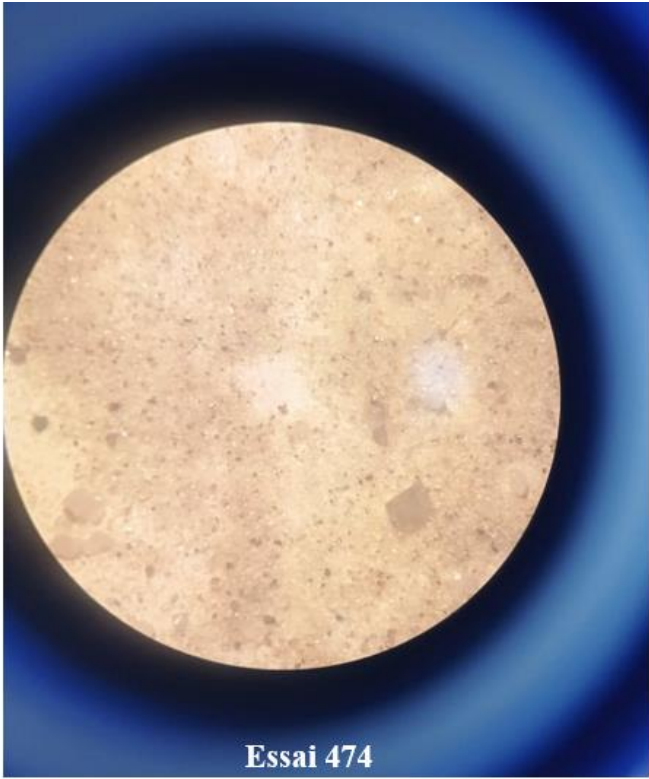


Figure III.5 Courbe XRF de l'essai de la séparation gravimétrique.



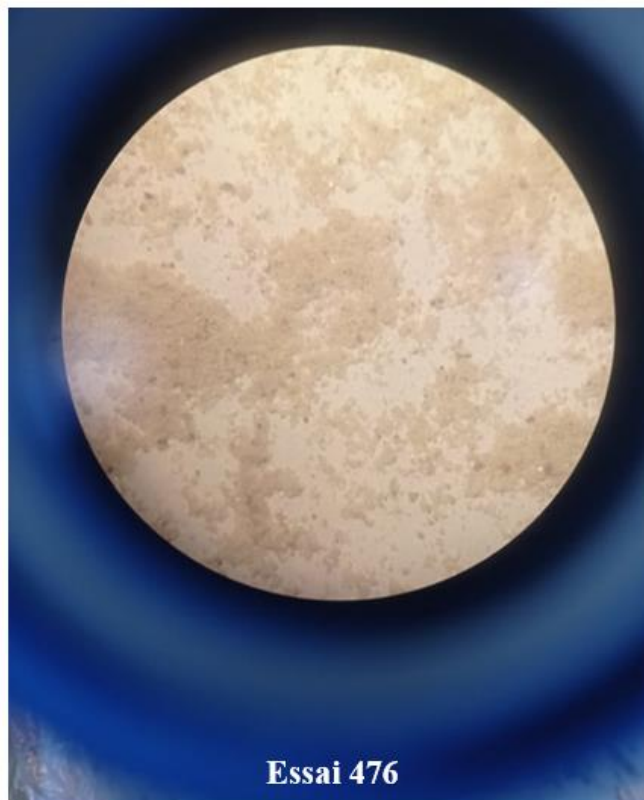


Figure III.6. Analyse microscopique de l'essai de la séparation gravimétrique.

Interprétation des résultats

Le tableau (III.9) illustre les pourcentages des minéraux SiO_2 et Fe_2O_3 séparés et récupérés en fonction de leurs zones après l'essai de séparation gravimétrique, d'après les résultats des analyses minéralogiques nous remarquons que :

- Il y'a une légère différence entre les cinq zones pour le pourcentage de silice et le pourcentage de celui-ci varie entre 95,42% et 98,71%.
- Pour le pourcentage de Fe_2O_3 il y'a pas une grande différence entre les cinq zones et le pourcentage varie entre 1,11% et 3,94%.

Les teneurs de silice pour cet essai ne pourront pas atteindre la teneur recommandée pour la fabrication du verre, mais ils peuvent nous mieux renseigner sur la nature des minéraux contenus dans l'échantillon et nous orienter vers autres méthodes de séparation.

Le graphe (III.5) illustre la détection des éléments chimiques XRF, on remarque l'abondance de silice suivis par le plomb, le fer et le zinc. La présence du chrome, barium, zirconium et le calcium en quantité moyenne.

La Figure (III.6) représente des photos qui illustrent l'analyse microscopique de l'essai de la séparation gravimétrique pour les cinq zones, d'après l'analyse microscopique on remarque bien la présence :

- Des micas : apparaissent en couleur brune sombre au jaune
- De silice : apparaisse en couleur blanche.
- De la pyrite : ce qui brille
- Des feldspaths : ce qui apparaisse en point noir
- De l'hématite : en couleur grise

D'après cette analyse on constate que l'échantillon résultant de la séparation gravimétrique est constitué majoritairement du mica et de silice.

II.2. Lixiviation chimique

Le tableau (III.10) et la figure (III.7) Résumant les résultats de la lixiviation chimique réalisée.

Tableau III.10. Valeurs de la lixiviation chimique.

Essais	SiO ₂ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)
AN	94.69	4.31
AS	94.12	4.40

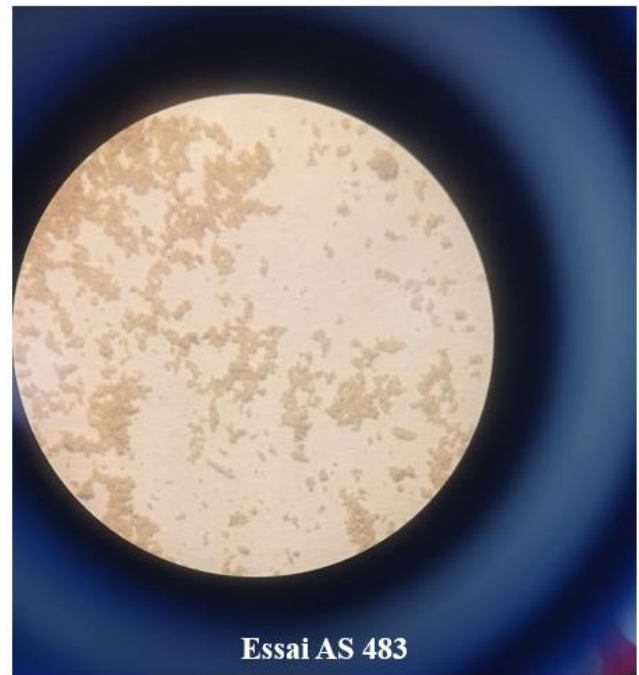
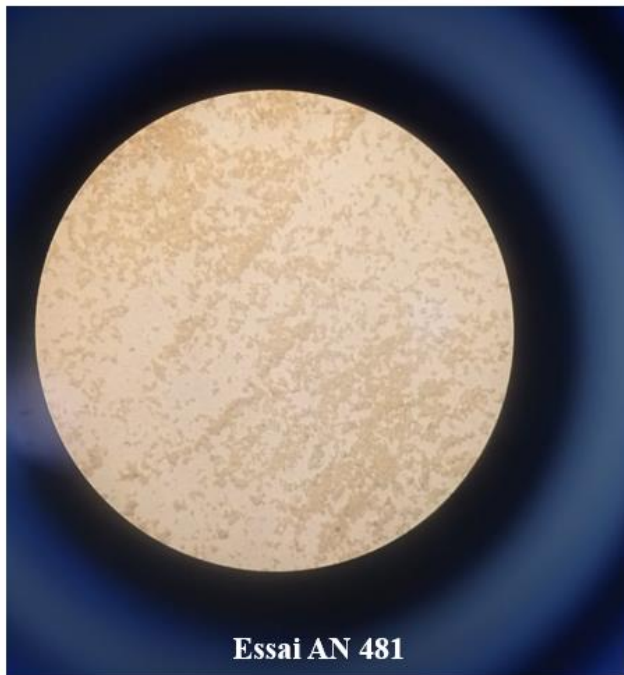


Figure III.7. Analyse microscopique de la lixiviation chimique.

Interprétation des résultats

Les deux essais de la lixiviation chimique ont été faits pour éliminer les différents métaux contenus dans l'échantillon, chacun des deux échantillons a été lixivié par un acide qui sont les suivant : l'acide sulfurique H_2SO_4 et l'acide nitrique HNO_3 , après rincés par la soude et filtrés et finalement séchés.

Le tableau (III.10) illustre les valeurs de SiO_2 et Fe_2O_3 résultent de la lixiviation chimique, nous remarquons que :

- Il y'a une augmentation de la teneur de silice pour les deux essais, dont il y'a une légère différence entre les deux ; la teneur de silice récupérée pour l'acide sulfurique est : 94,52% et pour l'acide nitrique 94,69%.
- Il y'a aussi une légère différence pour le Fe_2O_3 tels que pour l'acide sulfurique la récupération était à 4,40% et pour l'autre était à 4,31%.

D'après les recommandations de l'industrie verrière la teneur de silice doit dépasser le 99%, et les analyses minéralogiques montrent que la lixiviation chimique n'est pas la méthode adéquate.

La Figure (III.7) représente l'ensemble des deux photos qui illustre l'analyse microscopique de la lixiviation chimique, d'après cet analyse on remarque la présence de :

- La silice en teneur majeure pour l'essai d'acide sulfurique par contre elle est moins concentrée pour l'acide de l'acide nitrique : elle apparaisse en couleur blanche
- Les micas en teneur moyenne pour l'essai d'acide sulfurique et faible pour l'essai de l'acide nitrique : qui s'apparaissent en couleur brune sombre
- l'hématite en petite quantité qui apparaisse en couleur grise.
- Feldspaths en points noirs.

II.3. Flottation

II.3.1. Flottation des micas

II.3.1.1. Produits

Le tableau (III.11) et la figure (III.8.9) Résumant les résultats des Produits de la flottation des micas réalisée

Tableau III.11. Valeurs de la silice pour la flottation des micas

Collecteur DDA/Minéraux		SiO ₂ (%)
Concentration	R/P	
100 g/t	P	96.83
200 g/t	P	96.06
300 g/t	P	96.97

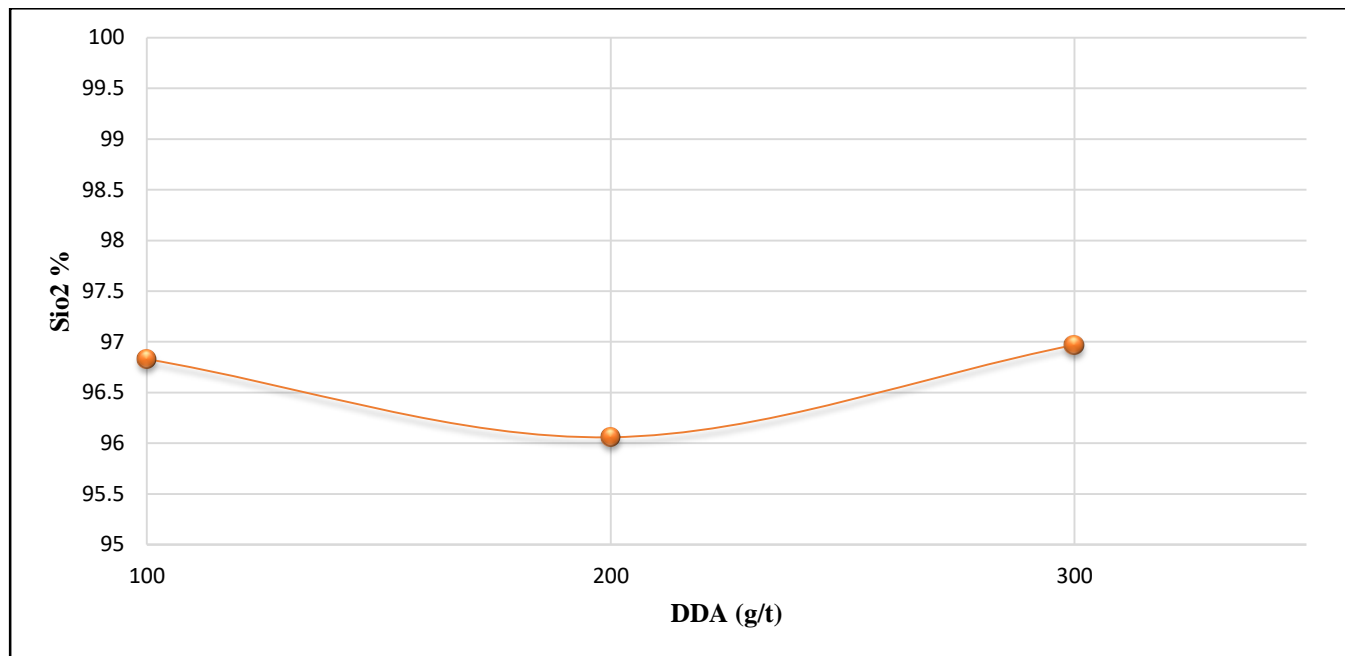


Figure III.8. Valeurs de la variation de SiO₂ en fonction de la concentration du DDA

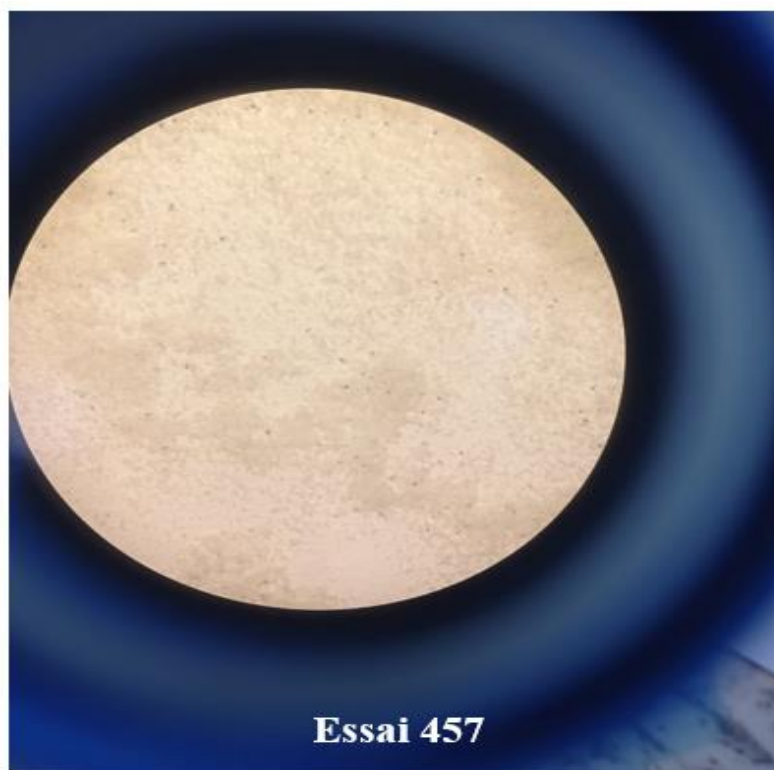


Figure III.9 Analyse microscopique de la flottation des micas.

Interprétation des résultats

Le tableau (III.11) illustre les pourcentages de la silice résultante de la flottation des micas en variant la concentration de DDA (collecteur), les concentrations de DDA utilisées sont les suivantes: 100g/t, 200 g/t, 300 g/t.

On remarque bien que l’essai à 300 g/t est celui qui a donné le pourcentage le plus élevé de silice 96.97% , suivi de l’essai de 100 g/t qui a donné 96,83 % de silice et finalement l’essai de 200 g/t qui a donné 96,06 %.

La forte récupération de silice à 300 g/t est expliquée par l’augmentation de l’hydrophobicité de la surface des micas par rapport aux deux autres, la surface du mica devient fortement hydrophobe (> 90°) et le reste de la gangue reste toujours sous une interaction hydrophile comme un angle de contact est inférieur à 90°.

L’efficacité de l’élimination du mica et du reste de la gangue est en fonction de la température et le pH de milieu, le pH de milieu a été régularisé à 2,5, on constate que à ce pH l’angle de contact pour le mica atteint le taux optimal, alors que les angles de contact du feldspath, du quartz et du fer sont très faibles.

Conclusion la concentration de DDA à 300 g/t est celle qui donne le taux le plus élevé de silice et le pH optimal est égal à 2,5.

Le graphe (Figure III.8) illustre les valeurs de la variation de SiO₂ en fonction de la concentration du DDA. D’après le graphe on remarque que l’essai à une concentration de 300 g/t est celui qui a donné la valeur la plus élevée de silice.

La Figure (III.9) illustre l’analyse microscopique de la flottation des micas (le produit), d’après cet analyse on remarque la présence de :

- Silice en grande quantité par rapport aux résultats précédents, elle apparaisse en couleur blanche.
- Mica en petite quantité par rapport aux résultats précédents, elle apparaisse en couleur brune sombre.
- Feldspaths en points noirs.

Tableau III.12. Valeurs obtenus après une séparation magnétique.

Séparation Magnétique \ Code	SiO ₂	Fe ₂ O ₃
R	53.86	43.73
P	97.06	2.40

Interprétation des résultats

Le tableau (III.12) illustre les valeurs obtenues après une séparation magnétique, on remarque pour le produit une teneur de silice élevée et une teneur faible pour notre rejet. Et le contraire pour les oxydes de fer, la séparation magnétique a pour but de séparer les minéraux ferreux et non ferreux.

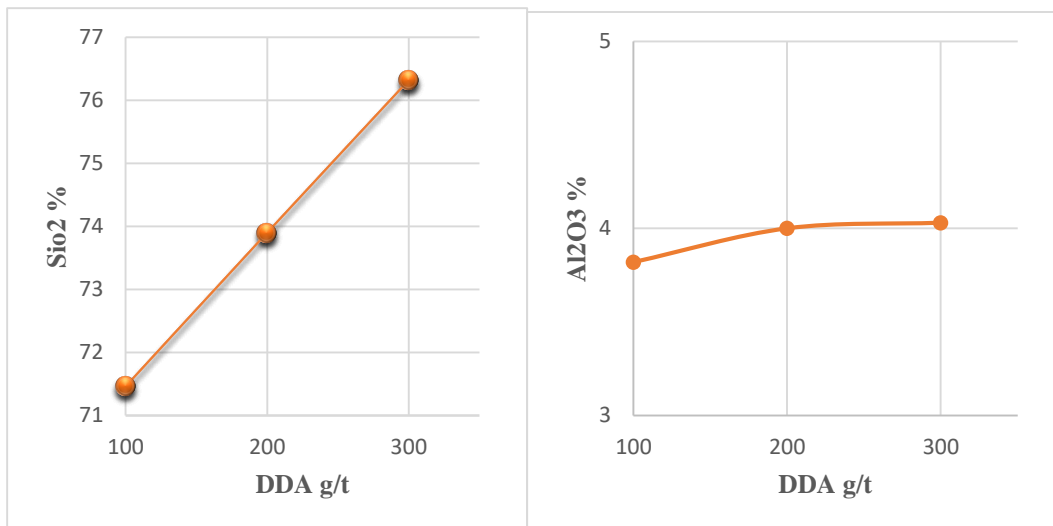
Cette méthode n'a pas donné un bon résultat car la teneur de la silice avant la séparation était à 96%. Une différence de 1% était réalisée.

II.3.1.2. Rejets

Le tableau (III.13), les figures (III.10, 11) résument les résultats concernant les rejets de la flottation des micas réalisée.

Tableau III.13. Les valeurs des micas.

Collecteur DDA/Minéraux		SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)
Concentration	R/P			
100 g/t	R	71.46	3.82	15.22
300 g/t	R	76.32	4.03	16.9



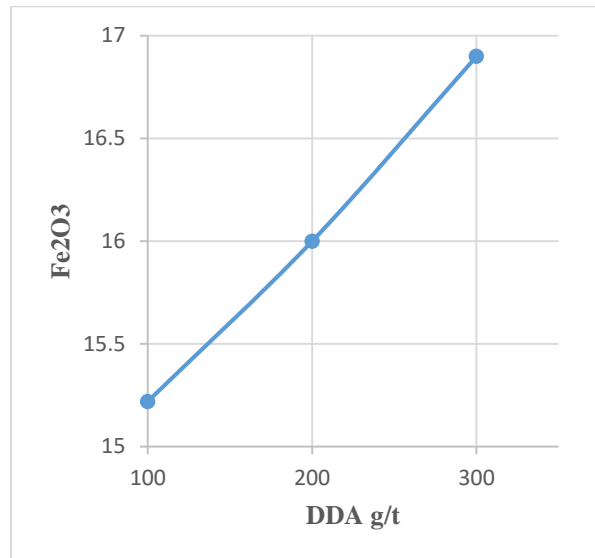


Figure III.10. Variation de SiO₂, FeO₃ ; Al₂O₃ en changeant la concentration du DDA.

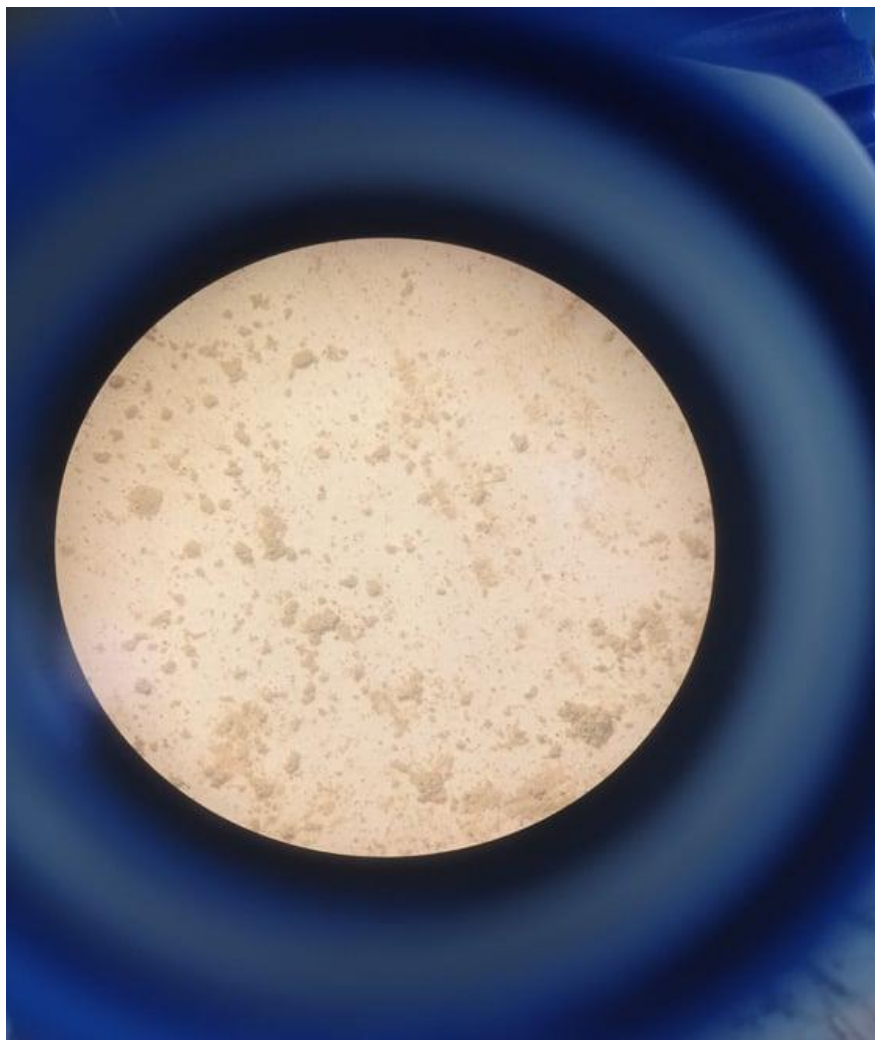


Figure III.11. Une analyse microscopique pour un rejet du 300g/t.

Interprétation des résultats

Le tableau (III.13) illustre les pourcentages des minéraux présents dans le produit de mousse résultant de la flottation des micas en fonction de leurs concentrations 100 g/t, 300 g/t.

Donc on remarque que la concentration de DDA à 300 g/t qui a donné le rendement le plus élevé de silice SiO_2 (76,32 %) d'alumine Al_2O_3 (4,03 %) et de d'oxyde de fer Fe_2O_3 (16,9 %).

L'efficacité de DDA à 300 g/t est expliquée par l'augmentation de l'hydrophobicité de la surface des micas par rapport à l'autre essai, la surface du mica devient fortement hydrophobe ($> 90^\circ$) et le reste de la gangue reste toujours sous une interaction hydrophile comme un angle de contact est inférieur à 90° .

Le pH de milieu a été régularisé à 2,5 grâce à l'augmentation d'angle de contact pour que le mica atteigne le taux optimal.

Le graphe (Figure III.10) illustre Variation de SiO_2 , Fe_2O_3 ; Al_2O_3 en changeant la concentration du DDA. On remarque que la concentration de DDA à 300 g/t a donné le taux le plus élevé pour la silice, l'alumine et l'oxyde de fer.

La Figure (III.11) illustre l'analyse microscopique pour le rejet du 300g/t, d'après cet analyse on remarque la présence de :

- La pyrite : Avec une brillance
- Les micas en grande quantité par rapport au produit
- Les feldspaths en points noirs

II.3.2.Flottation des feldspaths

Le tableau (III.14) et les figures (III.12, III13) Résumant les résultats de la flottation des feldspaths

Tableau III.14. Valeurs de la silice pour la flottation des feldspaths.

Collecteur DDA+HF/Minéraux		SiO ₂ (%)
Concentration	R/P	
2700 g/t	P	98.2
3000 g/t	P	98.6
3500 g/t	P	98.4

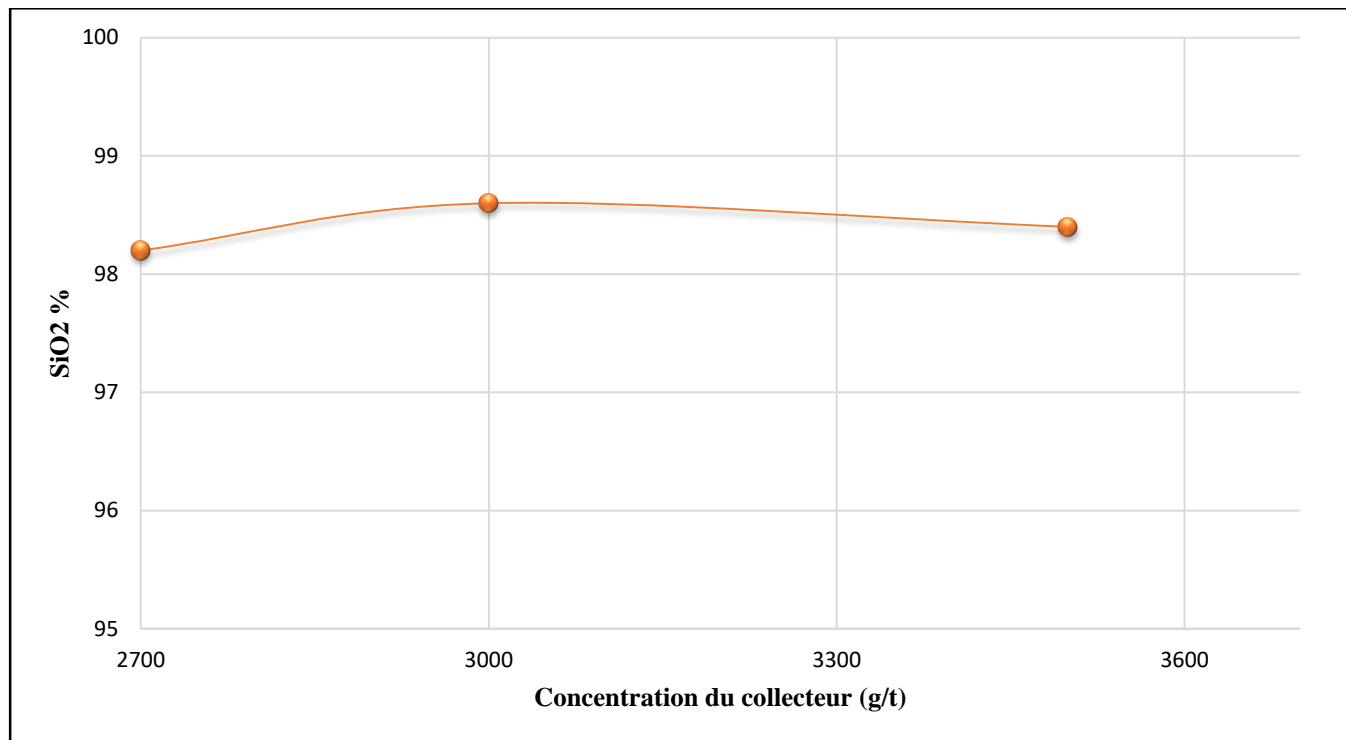


Figure III.12. Valeurs de la silice en fonction du HF.

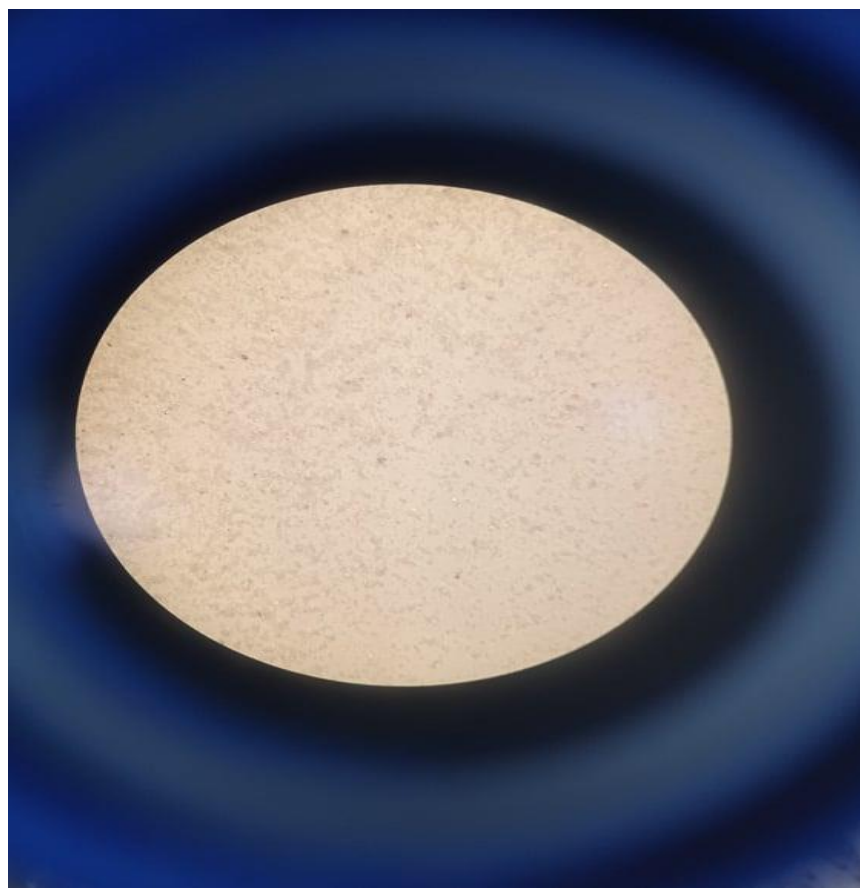


Figure III.13. Analyse microscopique du produit de la flottation des feldspaths.

Interprétation des résultats

Le tableau (III.14) illustre la variation des pourcentages des minéraux récupérés après la flottation des feldspaths en utilisant le collecteur DDA et déprimant HF à différentes concentrations (2700 g/t, 3000 g/t et 3500 g/t), nous remarquons que celle à 3000 g/t qui a donné le rendement le plus élevé de silice.

Le pH c'est à 2,5 qu'on avait la récupération optimale cela revient à l'augmentation d'angle de contact entre le collecteur et la surface des feldspaths.

Le graphe (III.12) illustre la variation du SiO₂ en fonction de la variation du HF, on remarque qu'on a une pique de 98.6 à 3000g/t.

En raison de la difficulté de séparer le feldspath du quartz, principalement en raison de la superposition de leurs densités, plusieurs études ont été menées pour résoudre ce problème. Bien que l'HF pose des défis en termes de santé, de sécurité et d'environnement, il joue toujours un rôle déterminant lors de la séparation du quartz du feldspath. Dans ce cas, l'HF est utilisé à la place du H₂SO₄ pour son haute efficacité pour obtenir un produit de très haute qualité.

Le feldspath est activé à l'aide d'ions fluorure et floqué en utilisant un collecteur d'acétate d'amine DDA et l'huile de pin comme agent moussant. Dans ce contexte, les ions F⁻ activent le feldspath des résidus en augmentant leur charge de surface. L'activateur augmente son propre potentiel de surface pour empêcher la production d'hydrophiles, et les élimine également du concentré. Le produit résiduel obtenu représente un quartz de haute qualité.

Pendant le processus de flottation, le feldspath s'attache aux bulles en raison de ses caractéristiques hydrophobes grâce à l'effet HF qui est utilisé comme activateur pour le feldspath et déprimeur pour le quartz. Les bulles séparent le feldspath du quartz en transportant les grains vers la zone de dépôt.

L'HF dans le rôle de déprimeur transforme fortement les particules de surface du quartz en particules hydrophiles.

La Figure(III.13) illustre l'analyse microscopique du produit de la flottation des feldspaths, d'après cet analyse on remarque la présence de :

- La silice en grande quantité par rapport aux essais précédents, elle apparaisse en couleur blanche.
- L'hématite en petite quantité sous une couleur grise
- La pyrite : Avec une brillance.

II.3.3.Flottation du quartz

Le tableau (III.15, 16) et les figure (III.14, 15,16) Résumant les résultats de la flottation du quartz.

Tableau III.15. Valeurs de la silice pour la flottation du quartz.

Collecteur acide oléique/Minéraux		SiO ₂ (%)
Concentration	R/P	
50 g/t	R	99.28
100 g/t	R	99.84
150 g/t	R	99.53

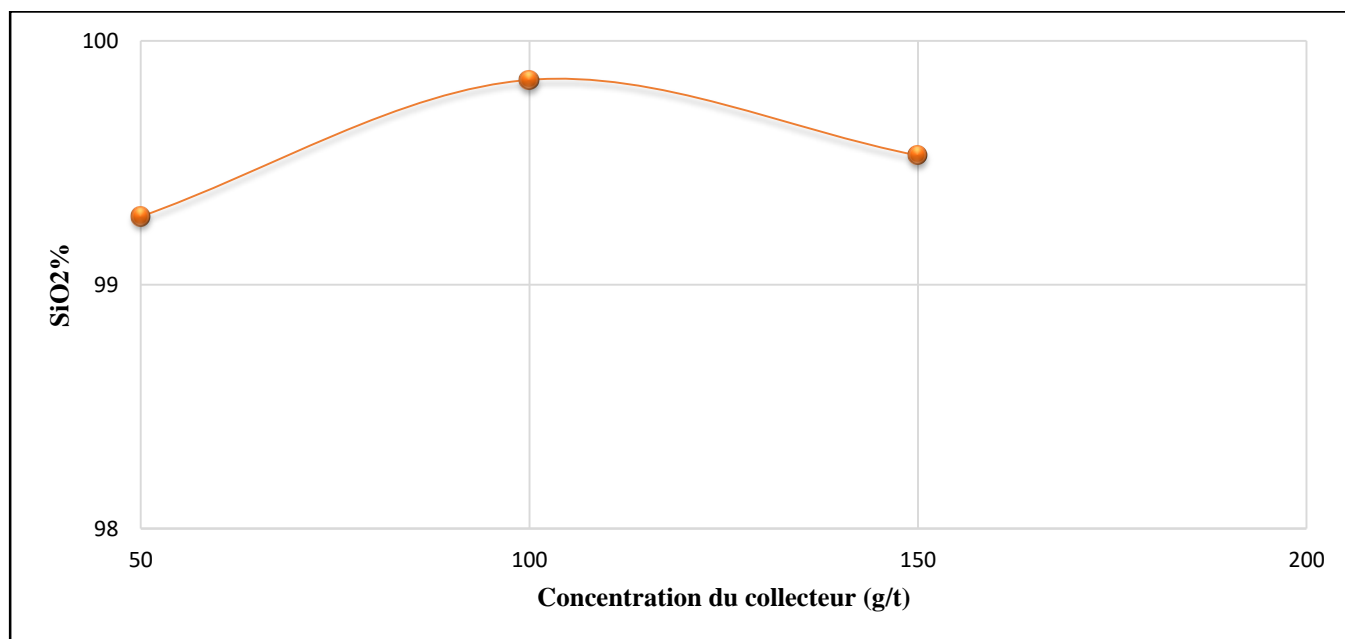


Figure III.14. Valeurs de la silice en fonction de la variation de la concentration d'acide oléique.

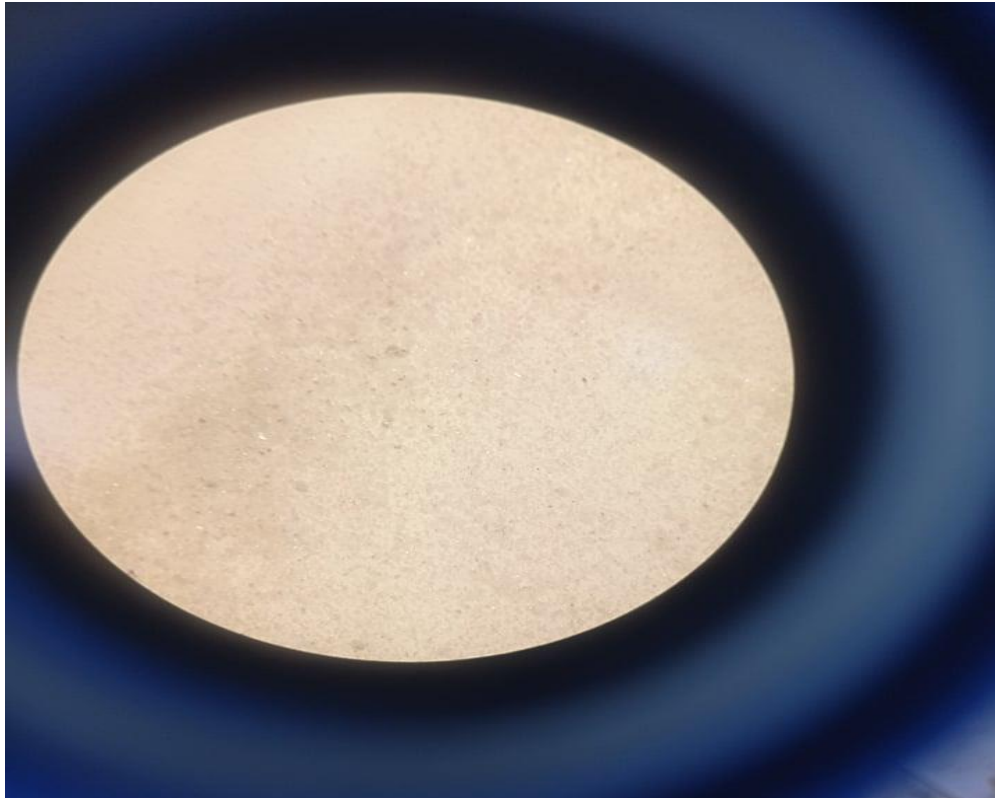


Figure III.15. Analyse microscopique du rejet de la flottation du quartz.

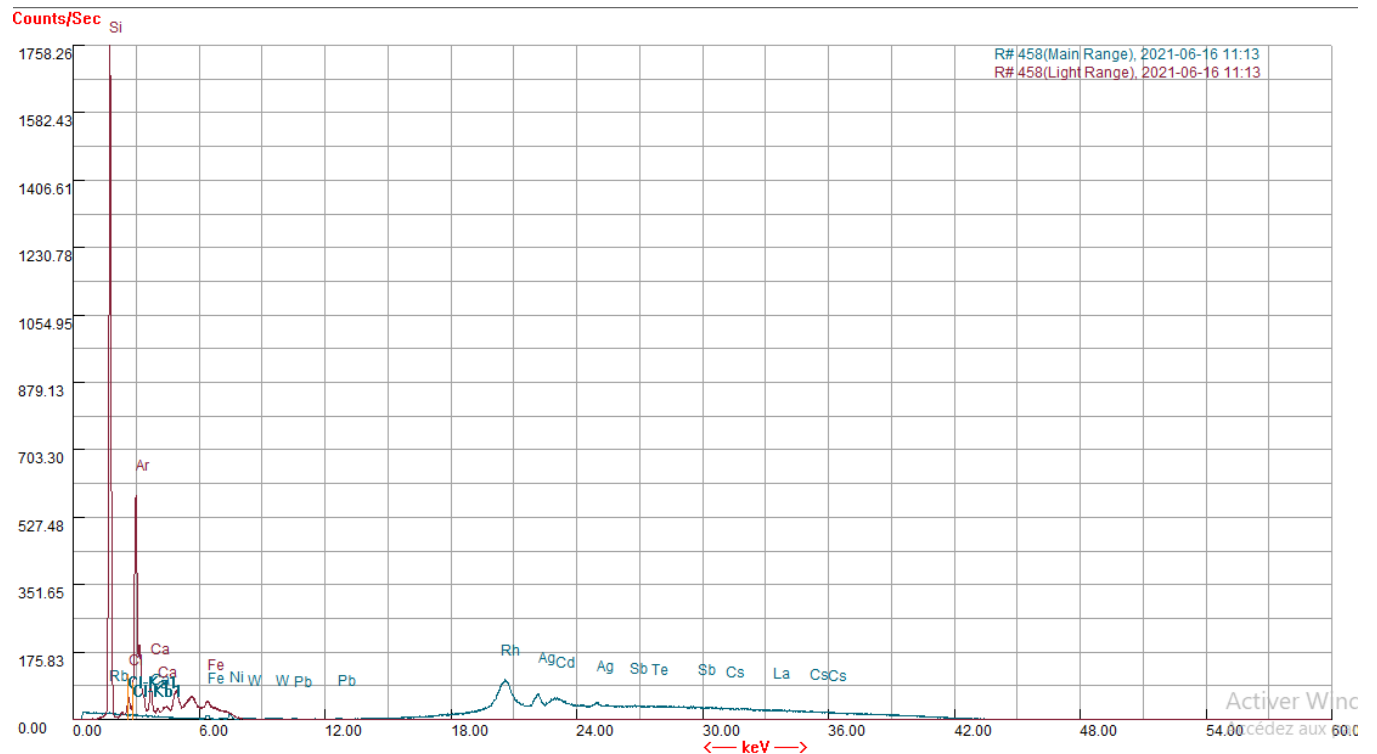


Figure.III.16. Analyse XRF du rejet de 100g/t.

Tableau III.16. Valeurs des éléments chimiques contenus dans le rejet final

Eléments chimiques	Zn	Sr	Mo	Ni	Pb	S	Si	P	Zr	Fe
%	0.006	0.001	0,00057	0.007	0.009	0.07	99.52	0.27	0.001	0.11

Tableau III.17. Composition minéralogique du rejet final.

Composition minéralogique	SiO ₂	SO ₂	Fe ₂ O ₃	PbO	ZnO
%	99.84	0.08	0.07	0	0

Interprétation des résultats

Le tableau (III.15) illustre les pourcentages de silice pour la flottation du quartz en fonction de leurs concentrations d'acide oléique

Les concentrations d'acide oléique utilisées sont les suivantes : 50 g/t ; 100 g/t ; 150 g/t .on remarque que l'essai à 100 g/t est celui qui a donné le taux le plus élevé de silice 99,84 %, suivi par l'essai de 150 g/t avec 99,53 % de silice et finalement l'essai de 50 g/t avec 99,28 %.

L'efficacité de l'acide oléique à 100 g/t est expliquée par l'augmentation d'hydrophobicité de la surface du quartz par rapport aux deux autres essais. La surface du quartz devient fortement hydrophobe (> 90°) et le reste de la gangue reste toujours sous une interaction hydrophile comme un angle de contact est inférieur à 90°.

Le pH a été régularisé à 10, pour que l'angle de contact pour le quartz atteigne le taux optimal on conclut que l'essai optimal est à 100 g/t.

Le tableau (III.16) illustre les éléments chimiques présents dans le quartz flotté par l'acide oléique (essai optimal), on remarque l'abondance de silicium Si avec 99,52%. Comme élément mineur on a le fer avec 0,11% et le phosphore P avec 0,27 %, ce quartz obtenu contient beaucoup d'éléments en traces commençant par le soufre S avec 0,07 % suivis du plomb Pb avec 0,009 % du nickel Ni avec 0,007 %, le zinc Zn avec 0,006 %, le zirconium Zr et le Strontium de même pourcentage 0,001 %.

Le graphe (Figure III.14) représente la variation des pourcentages de la silice en fonction de la concentration de l'acide oléique. On remarque que l'essai à 100 g/t est celui qui a donné le taux le plus élevé.

La Figure (III.15) illustre l'analyse microscopique du rejet de la flottation du quartz, d'après cet analyse on remarque la présence de :

- La silice en quantité énorme par rapport aux essais précédents ;
- L'hématite en très faible quantité, elle apparaisse en gris ;
- La pyrite en très petite quantité.

II.4. Essais supplémentaires

II.4.1. Flottation direct du quartz en utilisant l'acide oléique directement sur l'échantillon

Le tableau (III.18) Résume les résultats de la flottation du quartz en utilisant l'acide oléique directement réalisée.

Tableau III.18.valeurs de la silice pour flottation du quartz.

Collecteur acide oléique		SiO ₂ (%)
Concentration	R/P	
500 g/t	R	95.86

Interprétations des résultats

Tableau (III.18) illustre le pourcentage de silice flotté directement par l'acide oléique à une concentration de 500 g/t. on remarque que la flottation directe du quartz n'est pas efficace. Le pH a été régularisé à 10, à fin d'augmenter l'hydrophobicité de la surface du quartz et diminuer celle des autres.

II.4.2. Flottation du quartz suivie par lavage

Le tableau (III.19) Résume les résultats de la flottation du quartz suivie par une lixiviation chimique.

Tableau III.19. Composition minéralogique après un lavage chimique

HCl + Acide nitrique		
SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)
99.59	0	0.39

Interprétation des résultats

Le tableau (III.19) illustre les trois différentes valeurs de SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, on remarque que la silice est de 99.59% et Fe₂O₃ est de 0.39. Cette méthode est convenable.

II.4.3. Flottation complète du quartz pour un échantillon cyanuré

Le tableau (II.20) résume les valeurs SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 résultant d'une flottation complète du quartz.

Tableau III.20. Valeurs de la silice, micas et feldspaths.

DDA + HF + Acide oléique			
Code	SiO₂ (%)	Al₂O₃ (%)	Fe₂O₃ (%)
C1	58.23	5.52	27.02
C2	76.97	6.72	13.24
C3	80.67	0	12.50

Interprétation des résultats

Le tableau (II.20) illustre les valeurs SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 résultant d'une flottation complète du quartz.

On remarque qu'on n'a pas eu de bon résultats, la flottation n'était pas efficace on peut expliquer sa par la présence des cyanures dans notre échantillon, les cyanures ont empêché la flottation des micas, feldspaths et du quartz.

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail avait ambition de valoriser la silice issue des résidus aurifères de la mine d'Amesmassa et augmenter sa teneur à 99,99% pour fabriquer plusieurs types de verre de bonne qualité comme la pyrex, le verre creux et le verre plat en réalisant plusieurs méthodes minéralurgique et chimique pour la purifier.

Dans un premier lieu, on a commencé par le prélèvement et la préparation mécanique de l'échantillon par le concasser et le broyer suivie par une caractérisation physico-chimique incluant plusieurs essais : détermination de pH, de porosité, teneur en eau et la densité apparente finissant par l'analyse granulométrique. Une fois la caractérisation physico-chimique est faite on caractérise l'échantillon chimiquement et minéralogiquement, la composition chimique a été déterminée par la spectrométrie de fluorescence X (XRF) et la minéralogique par la diffraction aux rayons X (DRX).

Ensuite, on a commencé à réaliser les différentes méthodes de séparation successivement pour purifier la silice et la séparer des autres minéraux présents dans l'échantillon en commençant par :

- La séparation gravimétrique basée sur la gravité des différentes particules.
- La lixiviation chimique consiste à vaporiser les métaux pour les éliminer en utilisant deux acides différents H_2SO_4 et HNO_3 à une concentration pareille.
- La flottation en utilisant plusieurs réactifs à différentes concentrations à fin d'augmenter le rendement de récupération.
- Séparation magnétique a été réalisé dans un essai après la flottation inverse des micas à fin d'éliminer les minéraux ferreux.

D'après les analyses fait au laboratoire HTBS, la lixiviation chimique et la séparation gravimétrique n'ont pas donné des bonnes résultats par contre la flottation juste pour l'échantillon brut et non pas cyanuré a donné des très bonnes résultats et même avec la séparation magnétique.

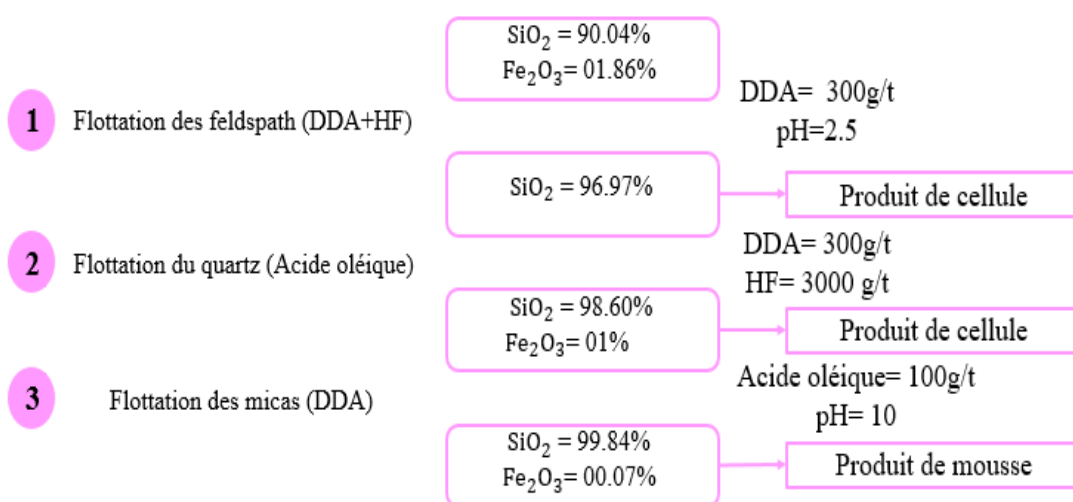


Figure IV.1 : Récapitulation sur les étapes suivies pour l'augmentation de la teneur de SiO_2

Références bibliographiques

- [1] Descamps, Correia, Derollez, Danede, Capet J. Phys. Chem. B, 109, 16092-16098 (2005)
- [2] Ayadi A., 2007. Technologie du verre ,2éme édition, place centrale de Ben-Aknoun (Alger).
- [3] Bamford C.R., 1977. Color Generation and Control in Glass, Glass Science and Technology, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam.
- [4] M. Guittard, A. Loireau-Lozac'h, M. Pardo, J. Flahaut, G. Lucazeau, Verres formes par les oxysulfures de terres rares Ln₂O₂S, Materials Research Bulletin, 13 (1978) 317- 322
- [5] B. Dubois, Thèse, Université de Bordeaux I, (1984).
- [6] Barton J., Guillement C., 2005. Le verre - science et technologie, EDP sciences.
- [7] Gavarini, 2002
- [8] Zarzycki, 1982
- [9] De Bonfils, 2007
- [10] Papon et al. 2002
- [11] Lombardo., 2002
- [12] Bamford, 1977
- [13] Barton et Guillement, 2005, Vignes et Beurroies, 1997
- [14] Barthélémy F. (1998) - Mémento roches et minéraux industriels. La silice à usage industriel, Rapport BRGM R-40348.
- [15] Barthélémy F., Lagny P. (2003) - Quartz et silice : Econote. Ecomine
- [16] la silice à usage industriel (2008) , Mémento roches et minéraux industriels, Edition BRGM .
- [17] Rocher P. (1993) - Mémento roches et minéraux industriels : Silice. Rapport BRGM RP37830.
- [18] L'entreprise nationale de l'exploitation des mines d'or (ENOR).
- [19] Amesmessa Gold Project, Bankable Feasibility Study, Section 5, Geology, Geotechnics and Geohydrology. AS GRDM inproc. Vol 1 of 4, 2005.

Références bibliographies

[20] POZDNIAKOV, Rapport de fin des travaux sur l'évaluation du gisement d'Amesmessah avec récapitulatifs des réserves, Office Nationale de Recherche Géologique et Minière (ORGM), division sud, volume 01, 1993.