

3/82

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

DEX

U. S. T. H. B.

ÉCOLE NATIONALE
POLYTECHNIQUE

DÉPARTEMENT
MINES ET MÉTALLURGIE

المدرسة الوطنية للعلوم الهندسية
المكننة

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
BIBLIOTHÈQUE

PROJET DE FIN D'ÉTUDES

*Lixiviation Alcaline en tas
du Minerai Marginal d'Uranium
de Timgadine
(Loggar)*

SUJET PROPOSÉ PAR:
SONAREM

SUJET ÉTUDIÉ PAR:
DJEGHLAL Mohamed-Elamine

PROMOTION JUIN 1982

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

U. S. T. H. B.

ÉCOLE NATIONALE
POLYTECHNIQUE

DÉPARTEMENT
MINES ET MÉTALLURGIE

المعهد الوطني للدراسات والبحوث
العلمية والتقنية

PROJET DE FIN D'ÉTUDES

Lixiviation Alcaline en tas
Du Minerai Marginal d'Uranium
de Timgaout
(Algérie)

SUJET PROPOSÉ PAR:
SONAREM

SUJET ÉTUDIÉ PAR:
DJEHLAL Mohamed-
Elamine

PROMOTION JUIN 1982



- A la Mémoire de ma Mère
- A mon Cher Père
- A mes Chers Frères et Soeurs
- A toute ma Famille
- A mes Chers Amis.

- REMERCIEMENTS -

Ce Mémoire a été réalisé sous la Direction de Mr MAACHE.

Auquel j'exprime mes remerciements pour les précieux conseils qu'il m'a donnés .

J'exprime ma vive gratitude à l'ensemble du personnel du Laboratoire Central de la SONAREM de BOUMERDES pour sa précieuse aide lors de l'élaboration de ce travail, particulièrement Messieurs BELMOKHTAR, KHELADI, FRIFER, DJAFFAR, BENZIADA, BOUHRARA, sans oublier Mademoiselle BAZA, pour la riche Documentation mise à ma disposition .

Je remercie également les responsables de ce laboratoire pour l'excellent accueil qui m'a été réservé, en particulier Monsieur BABA, divisionnaire et Monsieur ZIOVI, responsable du service valorisation.

Je tiens à remercier Monsieur GUERRAK Chef de Département Mines et Métallurgie et tous les Professeurs qui ont contribué à ma formation ainsi que mes amis pour leur participation .

J'exprime aussi ma reconnaissance à Madame KOUIDER et à Mademoiselle ROUABHI, pour l'effort déployé pour la frappe de ce Mémoire .

Ce Mémoire a été réalisé sous la Direction de Mr MAACHE.

o o o

Auquel j'exprime mes remerciements pour les précieux conseils qu'il m'a donnés .

J'exprime ma vive gratitude à l'ensemble du personnel du Laboratoire Central de la SONAREM de BOUMERDES pour sa précieuse aide lors de l'élaboration de ce travail, particulièrement Messieurs BELMOKHTAR, KHELADI, FRIFER, DJAFFAR, BENZIADA, BOUHRARA, sans oublier Mademoiselle BAZA, pour la riche Documentation mise à ma disposition .

Je remercie également les responsables de ce laboratoire pour l'excellent accueil qui m'a été réservé, en particulier Monsieur BABA, divisionnaire et Monsieur ZIOVI, responsable du service valorisation.

S O M M A I R E

- Préambule
- Introduction

- Chapitre 1 Partie Descriptive

1.1 - LA LIXIVIATION

- 1.1.1- Lixiviation Acide
- 1.1.2- Lixiviation Basique
- 1.1.3- Lixiviation Sous-Pression
- 1.1.4- Lixiviation Biologique
- 1.1.5- Lixiviation en tas

1.2 - LA THEORIE DE LA LIXIVIATION

- 1.2.1- Particularité d'un processus de lixiviation avec la participation d'un réactif gazeux.
- 1.2.2- Lixiviation pour les solutions sadiques
- 1.2.3- Mécanisme de la lixiviation

CHAPITRE 2

PARTIE EXPERIMENTALE

2.1 - HISTORIQUE

2.2 - LE GISEMENT DE TIMGAOUINE

- 2.2.1- Minéralisation
- 2.2.2- Synthèse Pétrographique
- 2.2.3- Caractéristique Chimique du Minerai de Timgaouine.

2.3- PREPARATION DE L'ECHANTILLON

- 2.3.1 - Echantillonnage
- 2.3.2 - Préparation de l'échantillon
- 2.3.3 - Analyse de l'échantillon
 - 2.3.3.1 - Concassage
 - 2.3.3.2 - Classes granulométriques et répartition de l'uranium
 - 2.3.3.3 - Analyses du minerai
 - 2.3.3.3.1 - Analyse semi quantitative
 - 2.3.3.3.2 - Analyse quantitative
 - 2.3.3.3.3 - Teneur en Uranium
 - 2.3.3.3.4 - Porosité du minerai

2.4 - METHODOLOGIE

- 2.4.1 - But Recherché
- 2.4.2 - Appareillage utilisé
- 2.4.3 - Déroulement d'une expérience
- 2.4.4 - Paramètres étudiés

2.5 - RESULTATS OBTENUS

- 2.5.1 - Etude de la granulométrie $0 \div 3$ mm
- 2.5.2 - Etude de la granulométrie $0 \div 30$ mm

- CONCLUSION

- Bibliographie

ANNEXE: METHODES D'ANALYSES

Dosage d'uranium

Dosage des silicates.

REACTIFS UTILISES

$\text{Na}_2 \text{CO}_3$: 80g/l.

NaHCO_3 : 15 g/l

$\text{Na}_2 \text{SO}_4$: 35 g/l

ABREVIATIONS

R% : Rendement de lixiviation calculé;

$$R = \frac{U \text{ lixiviation}}{U \text{ Lixiviation} + U \text{ Résiduel}} \times 100$$

d: Granulométrie.

U lixiviation: Uranium contenu dans la solution de lixiviation.

U Résiduel: quantité d'uranium résiduelle en grammes

U total : quantité d'uranium totale en grammes.

U eau de lavage : Uranium contenu dans les eaux de lavage

PREAMBULE

Le pétrole a joué un rôle déterminant dans le développement de notre pays, le gaz est en voie également d'occuper une place de plus en plus importante dans l'économie du pays.

Les récents réajustements des prix des hydrocarbures ont accéléré l'essor du nucléaire dans le monde.

" Même dans un pays producteur de pétrole et de gaz, la question de la production d'énergie nucléaire ne peut plus être considérée comme un problème lointain mais comme une tâche urgente.

Nous devons assimiler et développer toutes les phases du traitement de l'uranium jusqu'à la production d'éléments combustibles" (Conseil National de la recherche du 9 au 11 Janvier 1975).

L'énergie nucléaire peut participer de manière appréciable à l'approvisionnement mondial en énergie et notamment sous forme d'électricité.

Dans les années à venir, l'énergie nucléaire pourra également fournir une partie de l'énergie destinée à être utilisée comme chaleur industrielle à basse ou haute température. C'est seulement après la crise du pétrole de 1973-1974 que l'industrie de ce produit stratégique a pu envisager un avenir plus réel.

Dans ce contexte, le traitement et la récupération de l'uranium connaissent une grande faveur en minéralurgie.

L'Algérie, pour sa part, dispose de ressources en uranium qui peuvent justifier leur mise en valeur.

I N T R O D U C T I O N

La lixiviation en tas du minerai marginal d'uranium de Timgaouine, est envisagé dans un souci d'utilisation rationnelle des ressources énergétiques, en accord avec un développement harmonieux des richesses minières du sous-sol Algérien.

En effet, l'exploitation à ciel ouvert du gisement de Timgaouine donnera lieu à des quantités importantes de minerai marginal, dont l'estimation minimale est de l'ordre de 8 millions de tonnes de minerai tout venant et dont la teneur est comprise entre 200 et 500 P.P.M d'uranium.

Ce minerai que l'on peut qualifier de fatal, car il doit être abattu et extrait au même titre que les stériles de la découverte contient environ 4000 tonnes d'uranium métal. Dont il serait intéressant d'envisager la récupération.

Comme le traitement en usine de ce minerai marginal n'est pas rentable, il est souhaitable de se pencher vers la lixiviation en tas de ce dernier.

En effet, l'uranium récupéré en lixiviation en tas doit pouvoir couvrir les dépenses de fragmentation éventuelle de ce minerai, d'arrosage des tas et de récupération de l'uranium à partir des solutions.

Dans la plupart des mines d'uranium dans le monde, le minerai marginal est lixivié en tas par voie acide.

A timgaouine, l'idée d'envisager une lixiviation en tas par voie alcaline provient, d'une part, de la disponibilité surplace de solutions

alcalines résiduelles provenant, des purges de l'usine de traitement par voie alcaline.

D'autre part, du fait que le minerai de Timgaouine riche en carbonates, nécessitera une quantité importante d'acide sulfurique qu'il s'agira d'amener du Nord du pays ou à partir de soufre importé.

La SONAREM nous a demandé d'étudier les possibilités et les conditions d'une attaque alcaline en tas du minerai marginal de Timgaouine.

Dans le cadre de ce travail, qui, devait malheureusement s'effectuer dans une courte période, nous nous sommes proposés d'étudier l'évolution du rendement de la lixiviation en fonction de la granulométrie.

Les granulométries $0 \div 3$ mm et $0 \div 30$ mm ont été choisies pour nos expériences, à la base de l'essai à blanc effectué sur la tranche granulométrique supérieure à 200 mm et qui a donné un taux de récupération faible de l'ordre de 8%.

—OoO—
—
—

(C H A P I T R E I

- (I) ARTIE (II) ESCRIPTIVE

1.1 - LA LIXIVIATION

- La lixiviation (lessivage, dissolution selective) est un procédé qui a pour but de dissoudre, dans une solution, un ou plusieurs constituants d'un matériau solide en faisant intervenir, ou non, une réaction chimique.

Les procédés de lixiviation peuvent être groupés en:

- Lixiviation acide
- Lixiviation basique
- Lixiviation sous-pression
- Lixiviation biologique
- Lixiviation en tas.

Les deux groupes: lixiviation Acide et lixiviation basique représentent théoriquement l'ensemble des procédés de dissolution en hydrométallurgie pour des raisons technologiques, il faut toutefois mentionner la lixiviation sous pression et la lixiviation biologique, car elles utilisent des techniques différentes.

1.1.1.- LIXIVIATION ACIDE

La lixiviation étant utilisée pour les minerais pauvres, il est nécessaire de traiter de très grandes quantités de matériaux pour en retirer quelques pour-cent de produits valorisables. Il est donc très important que le réactif soit bon marché. L'acide le moins chère est l'acide sulfurique et, chaque fois que cela est possible, la lixiviation sulfurique est recherchée.

Si l'attaque sulfurique est suffisamment sélective, c'est en général ce procédé qui est utilisé par contre, si les minerais contiennent du calcaire ou de la dolomie, l'utilisation du procédé devient **prohibitif** du fait des carbonates contenus dans la gangue (globalement 1 Kg de carbonate de calcium consomme 1 Kg d'acide sulfurique). Il peut dans ce cas, être plus économique de rechercher un procédé alcalin.

L'utilisation de l'acide Chlorhydrique et de l'acide nitrique pose des problèmes. Tout en étant bons dissolvants de beaucoup d'oxydes ou d'autres composés métalliques, ils sont chers et une régénération de l'acide est souvent nécessaire.

La validation des deux acides entraîne des pertes et, de plus, les vapeurs corrosives endommagent l'installation. Le traitement acide peut nécessiter dans certains cas l'adjonction d'un oxydant ou d'un réducteur. Dans une solution sulfurique, l'oxydant peut être le sulfate ferrique, utilisé par exemple pour dissoudre la chalcosine (Cu_2S) ou des minerais d'uranium quadrivalent.

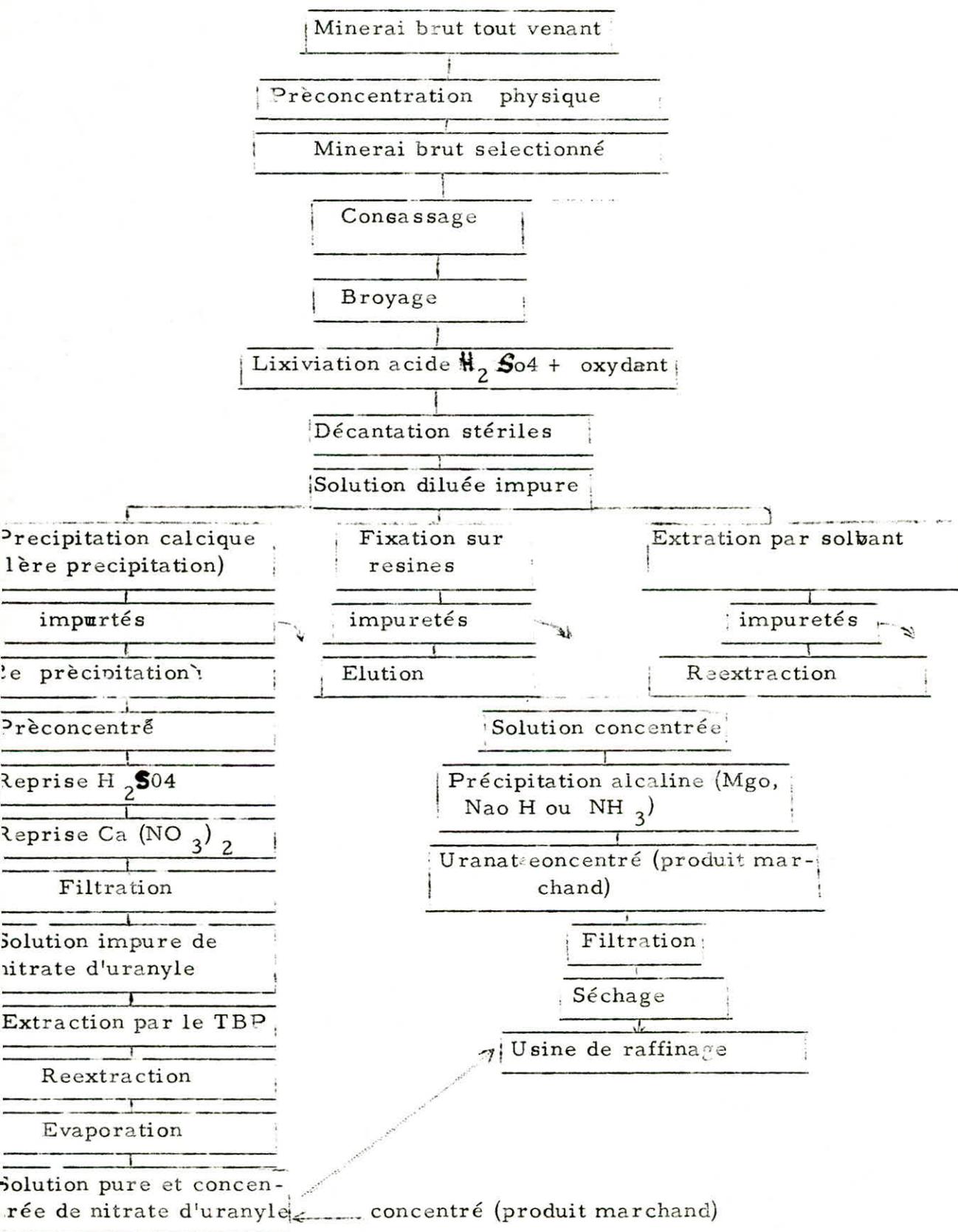
Le réducteur peut être le sulfate ferreux comme par exemple dans la dissolution de MnO_2 .

Le Flowsheet n° I donne un aperçu global sur le traitement Acide.

1.1.2 LIXIVIATION BASIQUE

D'une manière générale, les métaux sont beaucoup plus solubles en milieu acide qu'en milieu basique, malgré ce comportement, on trouve un certain nombre de métaux, soit de caractère amphotère, soit de valence élevée, (qui ont tendance à former des anions solubles en milieu basique).

Worksheet n° I : SCHEMA GENERAL D'UNE LIXIVIATION ACIDE



Aussi on peut dissoudre dans une solution de soude, sous forme anionique, l'alumine des bauxites et Mo (Molybdène), W (Tungstène), Ti (Titane), U (Uranium), Ta (Tantale), Nb (Niobium).

Les minerais d'uranium peuvent être également traités en milieu carbonate, bicarbonate de Sodium (ou d'ammonium), en effet, l'uranium hexavalent donne un complexe soluble en milieu carbonaté, $UO_2(CO_3)_4^{4-}$. Cette propriété de l'uranium rend possible une grande sélectivité dans cette opération.

En milieu basique, l'oxygène de l'air ou l'oxygène gazeux sont des oxydants suffisamment puissants pour oxyder beaucoup de métaux.

On accélère l'oxydation en augmentant la pression partielle de l'oxygène et, par suite, sa solubilité dans la solution de lixiviation (en milieu acide, à la pression atmosphérique dans la solution de lixiviation plus énergique que l'oxygène de l'air, par contre, à pression élevée à $0,7 \times 10^5$ l'oxygène peut également oxyder en milieu acide).

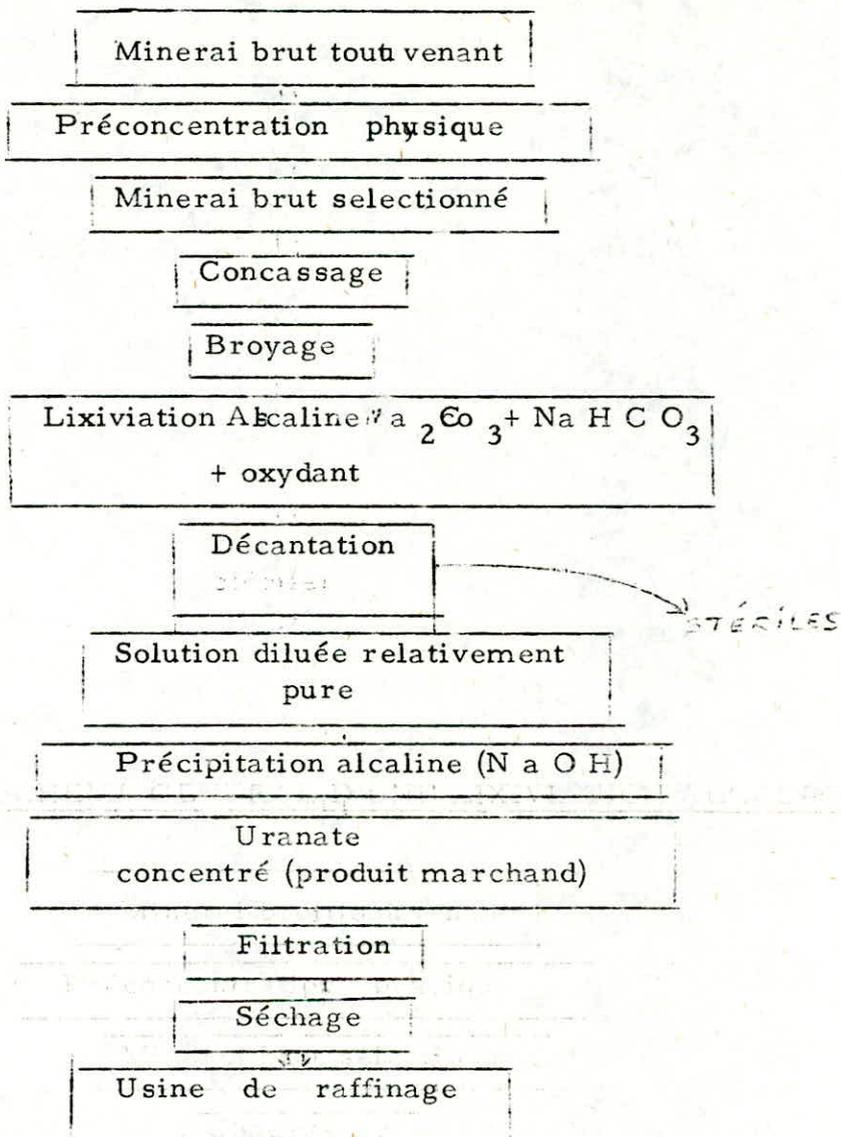
Le Flowsheet n° II représente le traitement basique.

1.1.3 LIXIVIATION SOUS-PRESSION

La vitesse et l'équilibre des réactions chimiques sont fortement influencés par la température et la pression.

L'hydrométallurgie utilisant des solutions aqueuses, la température limite la pression atmosphérique est le point d'ébullition de la solution. Si une température supérieure à la température normale d'ébullition est nécessaire pour qu'une réaction ait lieu ou se fasse avec une vitesse suffisante, l'utilisation d'un autoclave devient nécessaire. Dans ces installations, pour des raisons technologiques, la température est inférieure à $200^\circ C$ et la pression inférieure à 15 bar.

Flowsheet n° II : SCHEMA GENERAL D'UNE LIXIVIATION ALCALINE



L'utilisation de réactifs volatils ou gazeux nécessite également l'emploi d'autoclaves.

La lixiviation sous-pression peut s'effectuer en milieu acide aussi bien que basique.

1.1.4. LIXIVIATION BIOLOGIQUE

Depuis la fin de la première guerre mondiale, des bactéries autotrophes ont été isolées. Elles trouvent leur source d'énergie dans le soufre élémentaire, l'anhydride sulfureux ou le thiosulfate. Ces bactéries utilisent le carbonate de l'anhydride carbonique pour l'édification de leur organisme.

Elles survivent dans une solution relativement acide et sont capables de fabriquer de l'acide sulfurique à partir du soufre ou des sulfures. L'espèce la mieux connue est le thiobacillus thiooxidans.

Vers 1949, on a isolé dans les eaux des mines de charbon de Pennsylvanie et de Virginie Occidentale (qui contenaient beaucoup de fer et d'acide sulfurique) un autre thiobacillus, le thiobacillus ferrooxidans qui oxyde le fer ferreux en fer ferrique. D'autres bactéries ayant la même propriété ont été mises en évidence plus tard: en 1954, le Ferrobacillus Ferrooxidans et, en 1960, le Ferrobacillus sulfooxidans.

Au point de vue de la lixiviation biologique, l'important est de savoir qu'il existe des bactéries qui oxydent soit les sulfures, soit le fer ferreux, et qui survivent en milieu relativement acide, créant ainsi les conditions de solubilité d'un certain nombre de sulfates métalliques.

L'exploitation de l'énergie vitale de ces bactéries permet de fabriquer l'acide sulfurique et le sulfate ferrique nécessaires à la lixiviation d'un certain nombre de minéraux sulfurés et oxydés.

C'est un processus relativement lent (par rapport à la vitesse des réactions Chimiques), mais la consommation en réactifs étant nulle, le procédé est très économique.

- Parmi les méthodes de lixiviation connues:

-Lixiviation avec agitation (le minerai est maintenu en suspension dans la solution de lixiviation par une agitation appropriée) et la lixiviation sous-pression.

-La lixiviation statique ou en tas utilisée tout d'abord pour les minerais marginaux, est devenue une méthode pratique de lixiviation compétitive avec la lixiviation conventionnelle et tend à se généraliser.

1.1.5- LIXIVIATION EN TAS

Les cinq (5) dernières années ont montré l'avantage de la lixiviation par percolation. Le traitement ne coûte qu'un éventuel concassage pour rendre l'uranium plus accessible à la petite quantité de réactif dispersé dans l'eau d'arrosage des Tas. Il s'agit d'opérations lentes, plusieurs semaines ou plusieurs Mois, qui se terminent par un lavage à l'eau pure.

On peut ainsi sortir économiquement 10 à 70% d'un uranium qui serait perdu sans cela.

Elle comporte quatre étapes:

1)- Préparation de l'aire

Il faut créer une aire étanche, constituée de la manière la plus rustique possible (nivellement et revêtement étanche).

2)- Préparation du Tas

L'aire **étanche** étant établie, elle doit être chargée la hauteur possible du tas dépendra essentiellement de la nature du minéral.

3)- LIXIVIATION

Le **chargement** étant réalisé, on dispose sur le haut des tas, des tubes d'arrosage qui peuvent être simplement des tubes en plastique perforés et qui sont amovibles. On envoie par ce tube le réactif convenable, carbonaté ou acide.

4)- Récupération des solutions

Les liqueurs chargées sont recueillies dans des bassins constitués aussi de façon rustique. Une partie des liqueurs va à la production de concentrés et est compensée par des réactifs neufs. Le reste des liqueurs et des réactifs neufs sont recyclés sur le tas. La lixiviation se termine généralement par un lavage avec de l'eau.

Le procédé de lixiviation en tas présente d'abord l'avantage de n'exiger qu'un équipement réduit. Il permet d'éliminer des opérations coûteuses et les plus volumineuses des installations classiques du traitement chimique, tels que le broyage fin et la séparation solide-liquide.

Le chargement étant réalisé, on dispose sur le haut des tas, des tubes d'arrosage qui peuvent être simplement des tubes en plastique perforés et qui sont amovibles. On envoie par ce tube le réactif convenable, carbonaté ou acide.

4)- Récupération des solutions

Les liqueurs chargées sont recueillies dans des bassins constitués aussi de façon rustique. Une partie des liqueurs va à la production de concentrés et est compensée par des réactifs neufs. Le reste des liqueurs et des réactifs neufs sont recyclés sur le tas.

La lixiviation se termine généralement par un lavage avec de l'eau.

1.2- THEORIE DE LA LIXIVIATION - (Cinétique de lixiviation)

La lixiviation se présente comme un processus complexe hétérogène de réaction des réactifs réagissant avec la partie solide. La vitesse de lixiviation, donc la quantité de produit passant dans la solution par unité de temps dépend de plusieurs facteurs, la concentration de réactifs, la température, vitesse d'agitation, surfage de la phase solide et c....

Comme par règle elle change de façon continue au cours du processus. La vitesse de lixiviation peut être représentée comme un produit:

$$\frac{dG}{d\tau} = - j \cdot S$$

- G** : Quantité du produit lixivié dans la phase solide.
j : Flux de lixiviation donc c'est la quantité de l'élément lixivié passant en solution par unité de temps et par unité de surface de la phase solide (vitesse spécifique de la lixiviation).
S : Surface sur laquelle se fait la lixiviation.

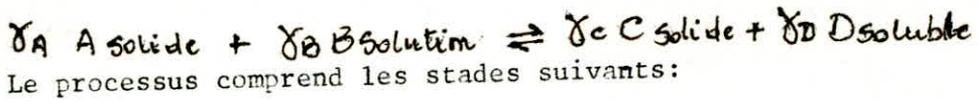
- L'équation générale du flux de lixiviation

Le processus de lixiviation comprend 3 stades principaux:

- 1)- Le transport des éléments réagissant de la solution vers la surface de la réaction.
- 2)- La réaction chimique
- 3)- Le transport des produits solubles de la réaction de la surface vers le volume de la solution.

Chacun de ces stades peut se décomposer en plusieurs étapes par exemple le stade du transport peut inclure la diffusion à travers la couche

contigüe (adjacente) vers la surface de la phase solide et la diffusion à travers la couche des produits solides de la réaction ou à travers la couche restante, poreuse du matériau non lixivié. Le modèle complet du processus hétérogène solide-liquide correspond à la dissolution avec la réaction d'échange dans laquelle il se forme une nouvelle phase solide.



- 1- Transport diffusionnel vers la surface de la phase solide à travers la couche liquide qui est contigüe à la surface.
- 2- Transport de diffusion du réactif à travers la couche du produit solide de la réaction.
- 3- La réaction chimique à la surface de l'élément à lixivier.
- 4- Le transport de diffusion de l'élément soluble de la surface de la réaction à travers la couche du produit solide de la réaction.
- 5- Le transport de diffusion du produit soluble de la réaction à travers la couche du liquide adjacente à la surface de la phase solide.

MODELE DU PROCESSUS

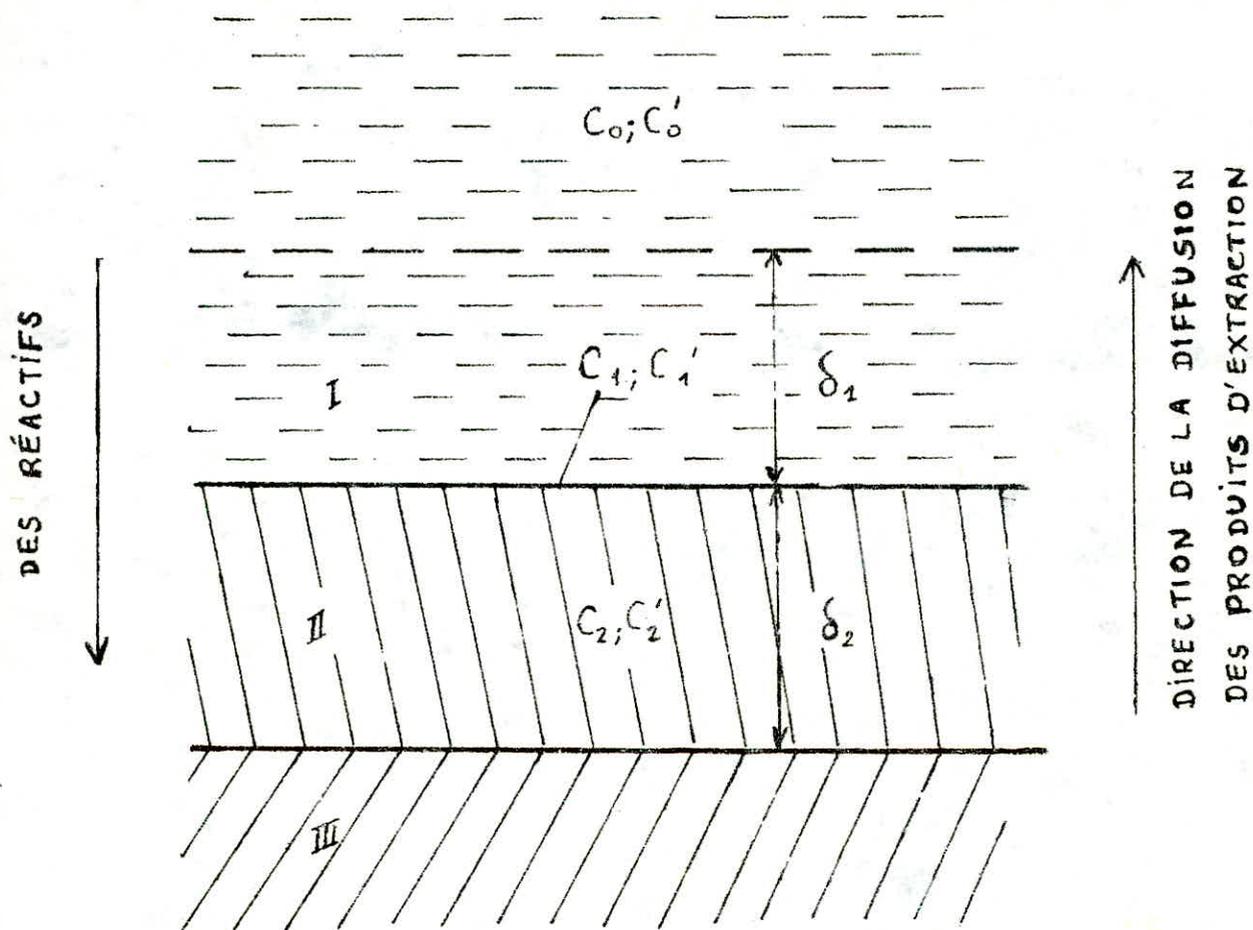
I- Couche de la solution adjacente à la surface de la particule solide - épaisseur de la couche δ_1 .

II- Couche du produit solide de la réaction épaisseur δ_2 .

III- Partie non attaquée - non réagissant de l'élément lixivié.

$C_0; C_0'$ - Concentrations du réactif et du produit de réaction dans la solution.

$C_1; C_1'$ - Concentrations du réactif et du produit de réaction à la limite ou à la frontière entre la phase solide et la solution.



1. Schéma de la Configuration
du modèle de la Lixivation.

C_2, C_2' - Concentration du réactif et du produit de réaction à la surface du noyau. Le noyau c'est la partie non attaquée.

- Le flux de diffusion à travers la couche de la solution adjacente à la phase solide (la couche externe de diffusion) se définit par la 1ère Loi de Fick:

$$J = - D_1 \cdot \frac{dc}{dx}$$

D_1 : - Coefficient de diffusion du réactif dans la solution

$\frac{dc}{dx}$: gradient de concentration dans le sens de diffusion

En considérant que dans les limites de la couche externe de diffusion, la concentration du réactif varie de C_0 jusqu'à C_1 linéairement.

1.2.1 - PARTICULARITE D'UN PROCESSUS DE LIXIVIATION AVEC LA PARTICIPATION D'UN REACTIF GAZEUX

En hydrométallurgie, on utilise souvent des réactifs gazeux. le plus souvent employé dans les procédés de lixiviation est l'oxygène: dissolution des métaux (Cu, Au, Ag), dans les solutions acidulées et dans les solutions cyanurés; l'oxydation des sulfures de Cu, Zn, Pb, Fe, Mo dans les solutions acidulées et basiques; la dissolution des oxydes primaires par leur oxydation jusqu'aux oxydes de valence supérieure par exemple la dissolution de UO_2 et U_3O_8 . Dans le cas de la participation d'un gaz, le procédé même en l'absence du produit solide comportera trois phases:

- Deux limites de la partie solide - liquide et liquide - gaz.

Les principaux stades du processus:

- L'absorption du gaz par la solution
(dissolution du gaz)
- Transport du gaz soluble vers la surface de la phase solide
(diffusion externe).
- Transport du réactif à travers la couche de la substance solide
(diffusion interne)
- La réaction chimique à la surface de la phase solide.
- L'évacuation des produits de réaction dans la solution.

Si la réaction est irréversible, la vitesse du processus se définit par les quatre premiers stades.

MODELE DU PROCESSUS

- I- Gaz
- II- Solution
- III- Couche du produit solide
- IV- Substance lixiviée

δ_{G1} - Epaisseur de la couche de diffusion de la solution à la limite Gaz-Liquide.

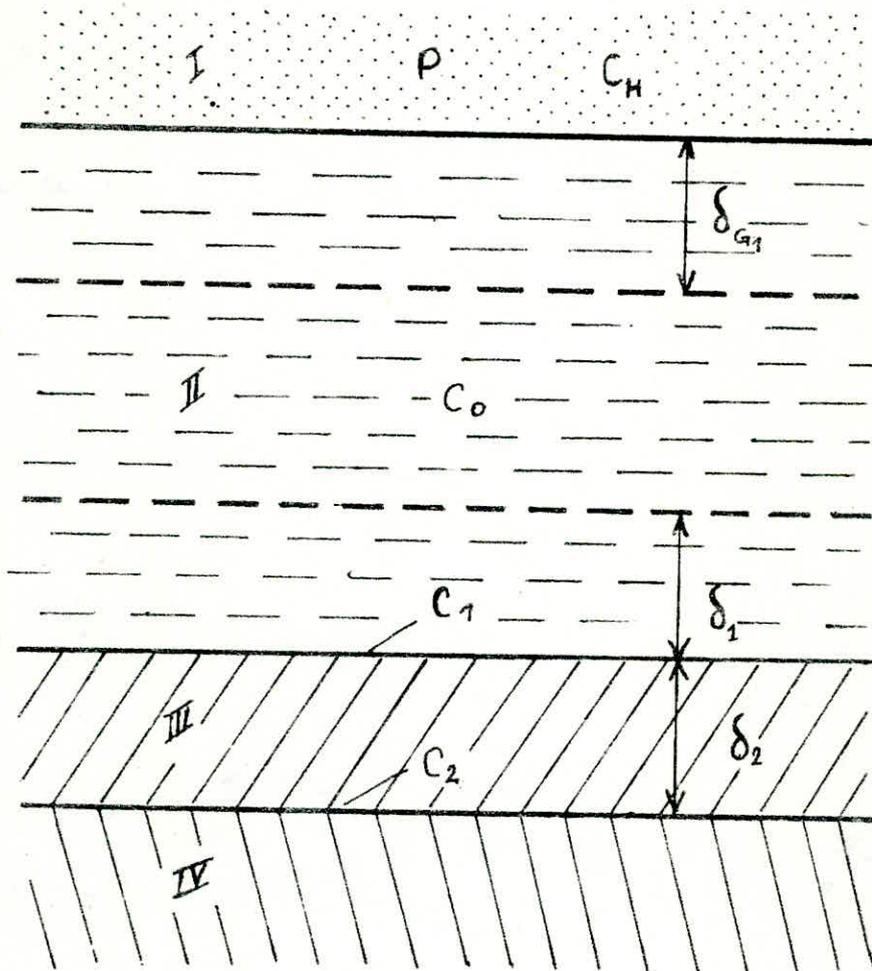
δ_1 - Epaisseur de la couche de diffusion de la solution proche de la limite liquide-solide.

δ_2 - Epaisseur de la couche du produit solide.

P - Pression du gaz

C_H - Concentration du gaz dans la solution saturée à la limite gaz-liquide.

C_0 - Concentration du gaz dans la solution.



2. Schéma d'un modèle de lixivation
et de participation d'un gaz.

C_1 - Concentration du gaz soluble à la limite liquide - produit solide de la réaction.

C_2 - Concentration du gaz soluble à la limite produit de réaction - Substance Lixiviée.

On peut dire qu'à la surface de la partie liquide et gazeuse des phases, le liquide est saturé en gaz. Donc la quantité de gaz G gaz entrant à travers la limite gaz-liquide par unité de temps est définie par l'équation suivante:

$$\frac{dG_{\text{gaz}}}{dt} = D_1 \cdot \frac{C_H - C_0}{S_{\text{gaz}}} \cdot S_{\text{gaz}}$$

D_1 - Coefficient de diffusion du gaz dans la solution.

C_H - Concentration de gaz dans la solution saturée.

C_0 - Concentration du gaz soluble par volume de solution.

S_{gaz} - Epaisseur de la couche de diffusion de la solution à la limite liquide-gaz.

S_{gaz} - Surface de la partie liquide et gaz.

Grâce à la loi d'Henry la concentration d'une solution saturée C_H est liée à la pression d'un gaz P par la relation suivante:

$$(P = K_{\text{gaz}} \cdot C_H)$$

K_{gaz} - Constante d'Henry

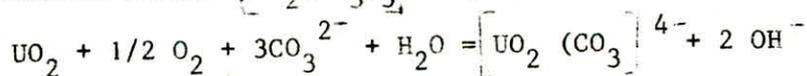
La vitesse de lixiviation est liée à la surface de contact.

Dans une lixiviation sous l'action d'un réactif gazeux, le gaz est habituellement introduit sous forme de bulles à travers une couche liquide (barbotage).

Les bulles se forment à partir de filets gazeux créés par un dispositif spécial de dispersion; la ~~gros~~ grosseur des bulles de gaz formées influe beaucoup sur la vitesse de dissolution du gaz.

1.2.2 - LA LIXIVIATION PAR LES SOLUTIONS SODIQUES

La lixiviation de l' UO_2 par les solutions sodiques en présence d'un oxydant (habituellement l'oxygène) est basée sur la formation d'un complexe carbonaté stable $[UO_2(CO_3)_3]^{4-}$ (constante de stabilité $K = 2 \cdot 10^{18}$)



Comme il est visible dans cette réaction, dans le procédé de dissolution, il y a une concentration de base OH^- , ce qui mène à une **précipitation** de diuranate de sodium; pour la neutralisation de cette base on procède à une lixiviation avec un mélange de carbonate et de bicarbonate de sodium.



La dépendance de la vitesse de dissolution de la concentration du mélange carbonate - bicarbonate est montrée sur la FIG 1:

Au-dessus de la concentration critique des réactifs, la vitesse de dissolution se limite à l'apport d' O_2 vers la surface de réaction et est proportionnelle à la pression d' O_2 (ou concentration d' O_2). Cependant après un mélange intensif (dans le sens d'agitation), l'oxygène peut être transporté vers la Zone (région) cinétique.

Dans ce cas la vitesse de dissolution est proportionnelle à la concentration d'oxygène à la puissance 1/2

$$J = K [O_2]^{1/2}$$

Vitesse de la dissolution
de UO_2 (en g/heure)

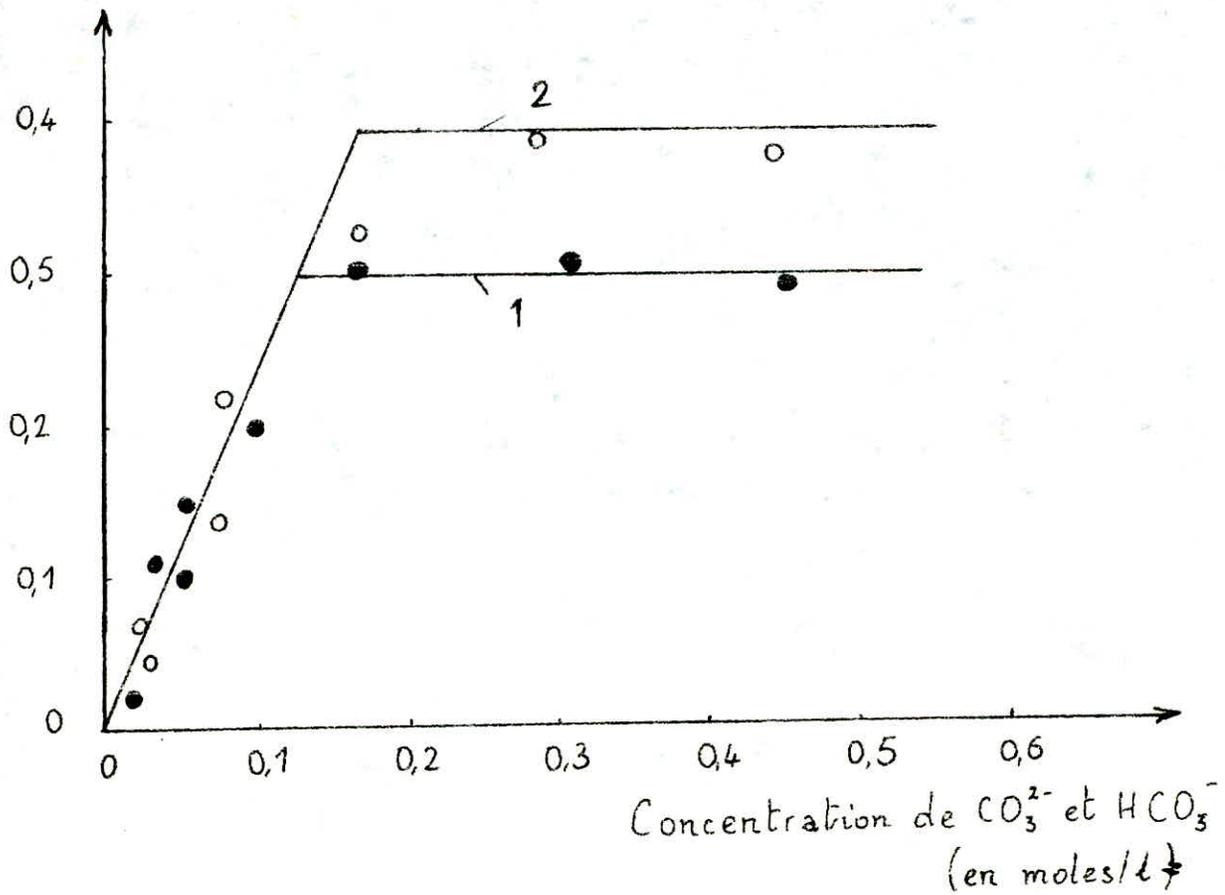


fig I. Courbe de HABASHI et TOURSTONE. (1967).

- Dépendance de la vitesse de dissolution de UO_2
en fonction de la concentration du mélange
 $Na_2CO_3 + NaHCO_3$ à différentes pressions d' O_2

. $T = 100^\circ C$

1. $P_{O_2} = 1,7$ atm

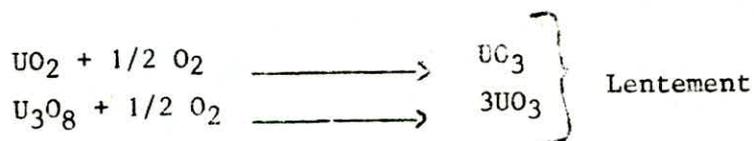
2. $P_{O_2} = 3,4$ atm.

L'énergie d'activation de ce processus est égale à 12 Kcal/mole.

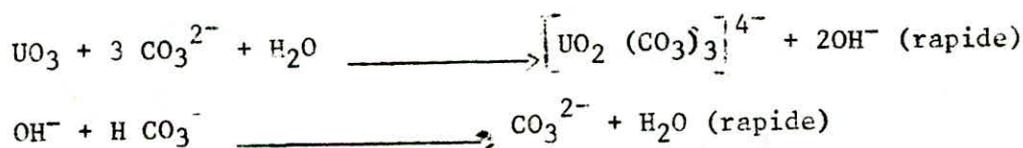
1.2.3 - MECANISME DE LA LIXIVIATION

Les stades probables des processus:

a) Oxydation

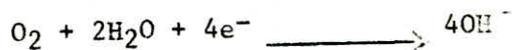


b) Dissolution

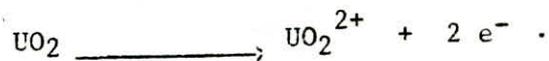


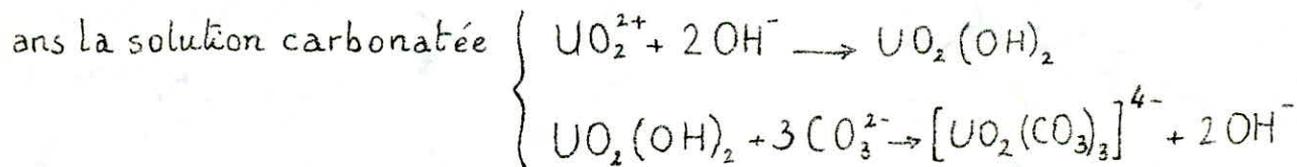
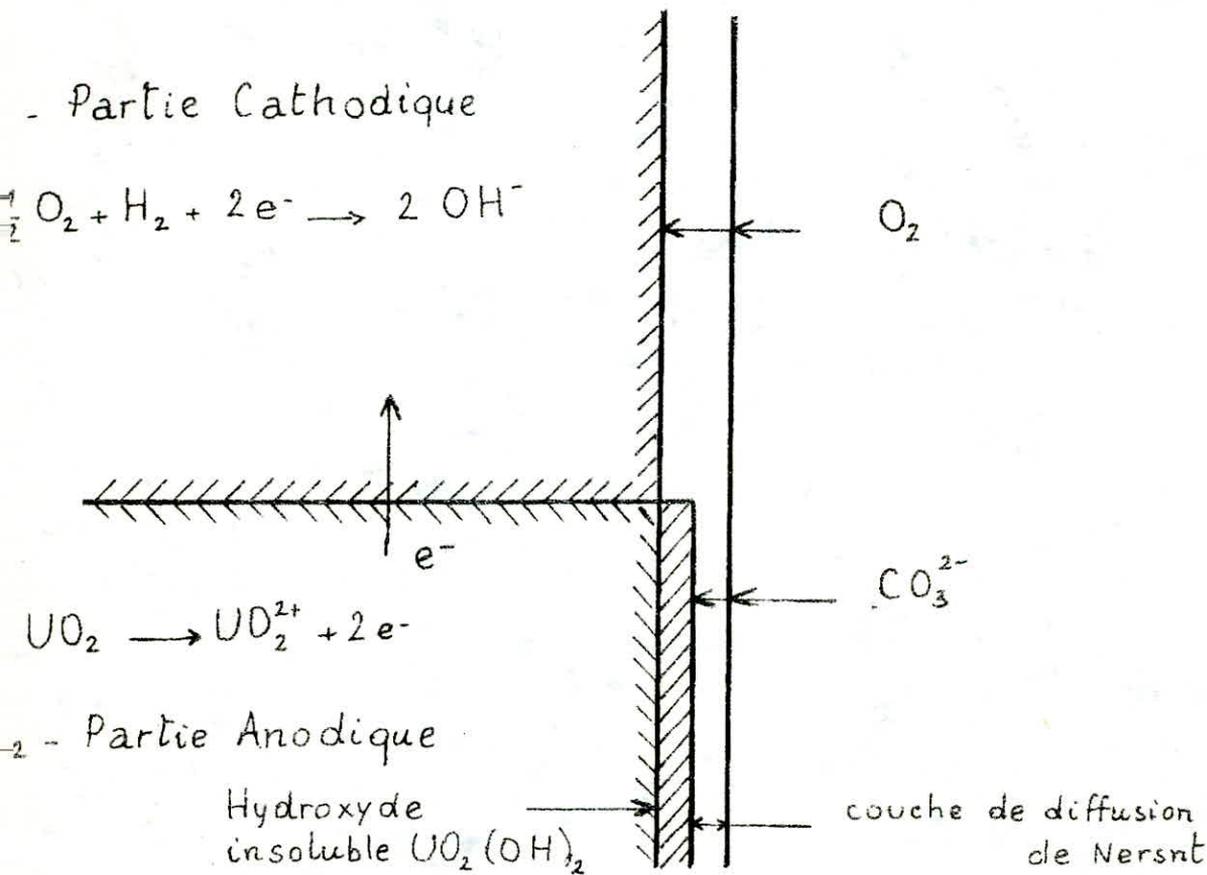
En d'autres termes, pour la dissolution de UO_2 et U_3O_8 il est nécessaire au début de les oxyder jusqu'à UO_3 et pour que le processus se fasse, l' O_2 ou un autre oxydant est indispensable.

En se référant au Schéma 3, on peut conclure que la dissolution de UO_2 dans le milieu carbonaté est liée au mécanisme électrochimique. La réduction de l' O_2 ou bien d'un autre oxydant dans la partie cathodique:



et l'oxydant de l' UO_2 dans la partie anodique.

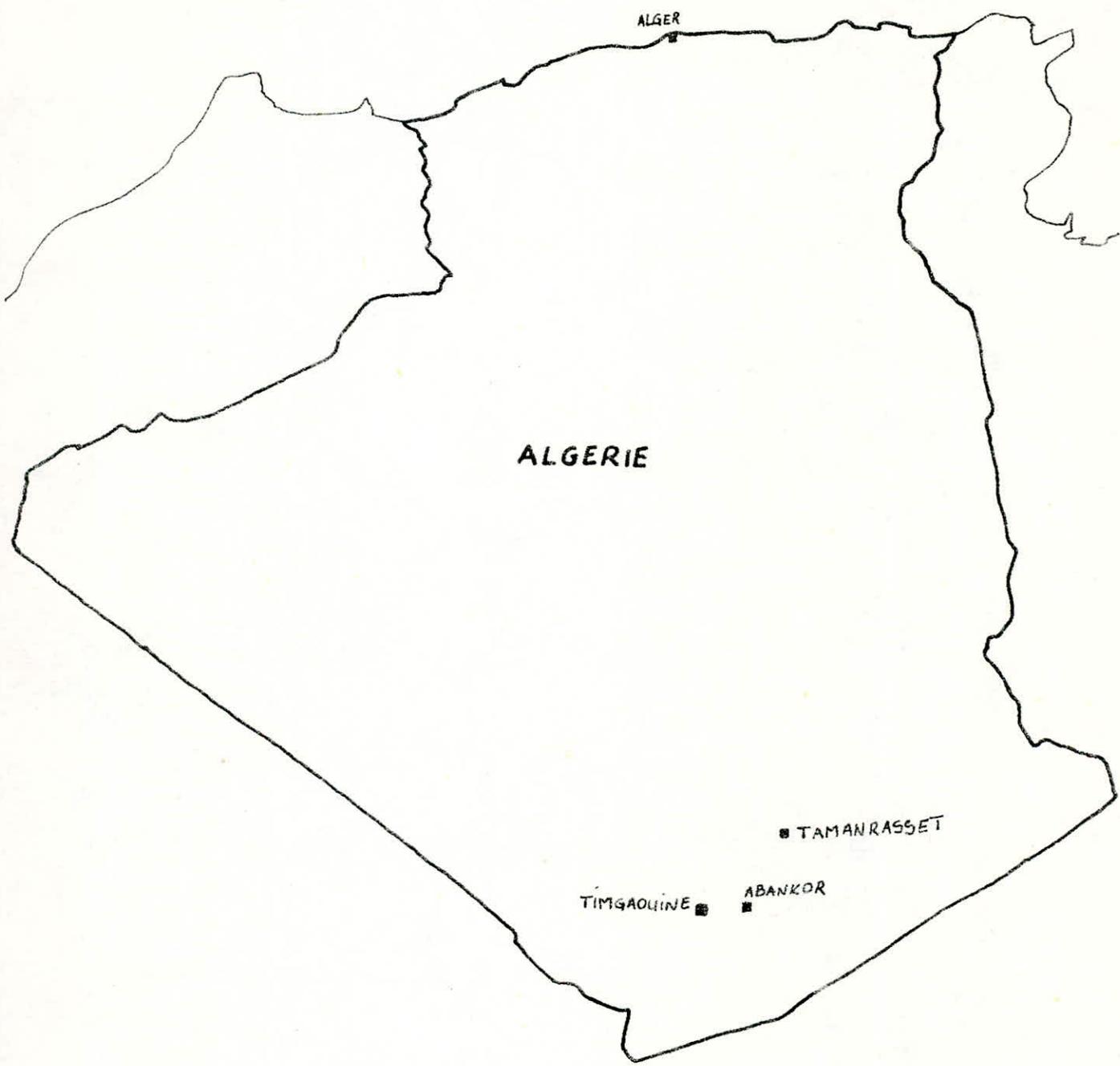




3. Schéma expliquant le mécanisme électrochimique de lixiviation de UO_2 .
(HABASHI et TOURSTONE. 1967).

CH A P I T R E II
=====

-- I) A R T I E E X P E R I M E N T A L E



ALGER

ALGERIE

TAMANRASSET

TIMGAOUINE

ABANKOR

2.1 HISTORIQUE

Les premiers indices de minéralisation d'uranium furent découverts dans la région de TIMGAOUINE dans les années cinquante.

Après l'indépendance, l'Algérie entreprit un programme de prospection et de recherche minier dans tout le pays, dans ce cadre, un lever aéromagnétique et spectrométrique fut effectué sur l'ensemble du Pays.

Ce dernier permit de déceler, dans la région du Hoggar, un certain nombre de zones anormales étendues qui firent l'objet d'une intense reconnaissance au sol.

Cette reconnaissance et la reprise des anciens travaux ont permis de distinguer, au Hoggar, au moins deux types de minéralisations d'uranium qui sont:

- Associées à des granites intrusifs alcalins
- Associées à des terrains sédimentaires anciens.

I/ LE GISEMENT DE TIMGAOUINE

Il est situé dans le Hoggar à environ 180 Km au Sud-Ouest de la Ville de TAMANRASSET (voir figure n° II).

-Nous allons donner un aperçu sommaire géologique et métallogénique de la minéralisation uranifère de TIMGAOUINE au vu des travaux effectués par la SONAREM.

- Le gisement uranifère de TIMGAOUINE se trouve dans la partie centrale du Horst-Suggarien du même nom possédant les caractéristiques structurales d'un batholite à bords diffus formant une large vallée

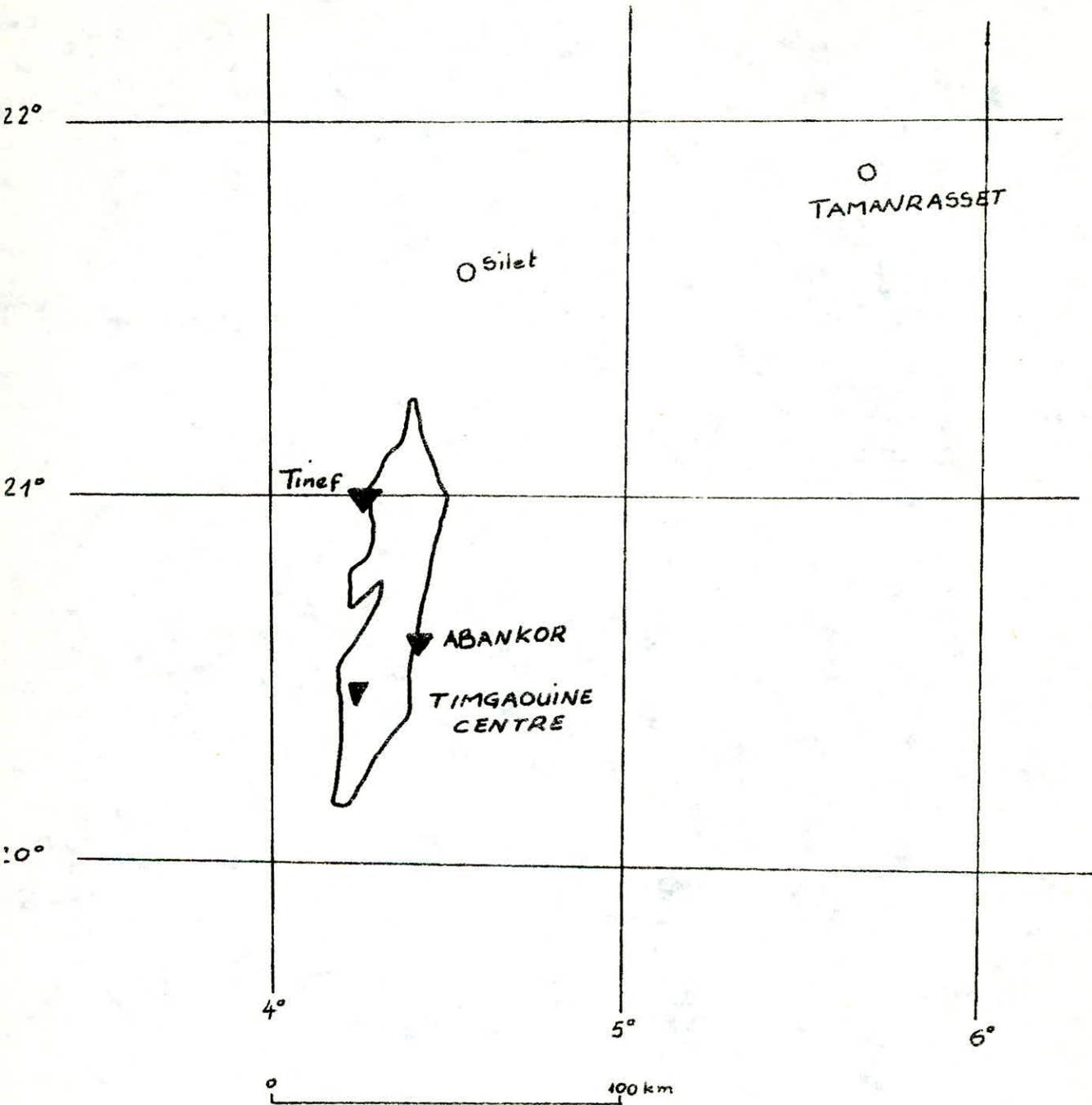


fig 2 : POSITION GEOGRAPHIQUE DES GISEMENTS DE TIMGAOUINE ET D'ABANKOR

d'environ 140 Km de long sur 40 Km de large.

-Ce gisement est formé essentiellement d'un granite suggarien calco-alcalin à tendance syénitique. La diversité des granites a conduit à une différenciation de faciès en fonction des types observés. Selon les données des analyses minéralogiques on a affaire à des granites calco-alcalins plus sodiques que potassiques. D'une manière générale, on observe dans le cadre du gisement de TIMGAOUINE des granites calco-alcalins à biotite (Timgaouine-Centre) à 2 micas (Timgaouine-Centre), lencocrates et des syénites calco-alcalines (TIMGAOUINE-CENTRE - TIMGAOUINE-SUD).

Le passage de l'un à l'autre de ces faciès est progressif et aucune limite précise ne peut-être représentée.

Ces granites sont recoupés par une importante faille régionale (4°18) soulignée par un filon de jaspes d'épaisseur moyenne 0,8 m et dont l'étendue est repérée depuis la zone de Tinef jusqu'à Timgaouine Sud.

La minéralisation uranifère reste en liaison (spatiale) avec ladite faille.

Il est à noter aussi que les variations pétrographiques des faciès granitiques sont liées aux phénomènes d'intrusions, de métamorphisme ainsi que d'intenses recristallisations au niveau de ces intrusions.

I-1 MINERALISATION

La minéralisation uranifère de TIMGAOUINE est incontestablement contrôlée par la faille 4° 18'. L'encaissant granitique est plus ou moins bréchifié et affecté par des processus de modifications hydrothermales.

d'après les coupes interprétatives, il a été convenu de distinguer trois structures minéralisées:

- Le filon inférieur
- La zone intermédiaire (stockwerk)
- Le filon supérieur

L'épaisseur de la Zone minéralisée varie de 0,5 à 10 m à Timgaouine Sud soulignée constamment par la crête de jaspes bréchifiée.

Le filon inférieur s'est installé le long de la faille principale constituant la base de la zone minéralisée. Le Mur du gisement de Timgaouine est donc là aussi marqué par une faille à remplissage argileux avec du Molybdène (rapport U/MO pouvant atteindre 1/1). Les minéralisations sont représentées à Timgaouine par:

-Des produits jaunes

- Autunité $2 [Ca (UO_2)_2 (PO_4)_2 12 H_2O]$
- Gummite (oxydes et hydroxydes U, Pb +.....)

- { Uranotile (zone d'oxydation)
- Uranophane - $2 [Ca (H_3O)_2 (UO_2)_2 (SiO_4)_2 3H_2O]$

-Des produits noirs:

- { Pechblende UO_2
- Uraninite
- Oxydes d'uranium plus ou moins hydratés
- (Zone hypogène)

D'après les études géochimiques ces minéralisations se localisent dans les Zones de Fortes spécifications des processus

d'albitisation, carbonitisation, hématitisation avec :

rapport de Na, Ca, CO₂ et parfois Mg et Fe éloignant ainsi une bonne partie du SiO₂ et parfois de K, soulignant ainsi l'intensité des processus métasomatiques ayant affecté l'ensemble de cette région.

Selon les analyses minéralogiques et chimiques et les observations de terrain sur l'ensemble des zones uranifères de Timgaouine, il ressort que:

- Les constituants principaux des minéraux uranifères sont représentés par les minéraux supergènes tels que Autunite et Gummite la profondeur de la Zone supergène se situe entre 0 et 100 m de profondeur.

Les constituants primaires uranifères essentiels semblent avoir été la pechblende, l'uraninite en profondeur.

2.2.2 SYNTHESE PETROGRAPHIQUE A LA BASE DES:

- Lames Minces (Etudiées par la SONAREM)

L'association minéralogique comporte essentiellement, uranotile, gummite, phosphates d'uranium (dans une faible quantité), Oxydes-Hydroxydes de fer, Minéraux titane, Quartz, Carbonates, accidentellement, Zircon, barytine et fluorine, minéraux métallifères: Sulfures.

- Sections Polies (Etudiées par la SONAREM).

Les échantillons relèvent, à part les oxydes de fer, la présence des sulfures métallifères dans une quantité insignifiante: Pyrite, Chalcopyrite marcassite, galène mispickel, dont la plus importante est la pyrite.

Généralement, les sulfures sont répandus en grains à contours irréguliers plus ou moins oxydés.

2.2.3. - CARACTERISTIQUE CHIMIQUE DU MINERAL DE TIMGAOUINE

Pour avoir une idée générale sur la composition du minerai de TIMGAOUINE, ce dernier se répartit grossièrement en deux (2) groupes. Le premier groupe comprend la partie prélevée au dessus de 60 m environ de profondeur, à savoir celle dans laquelle il s'agit surtout d'une minéralisation secondaire ; le deuxième groupe comprend la partie prélevée au dessous de 60 m de profondeur, où la minéralisation est surtout primaire.

Le groupe 1 contient 0,123 % d'U 308 et 12,6 % de CO₂, alors que le groupe 2, sa teneur en U 308 est de 0,184 %, sa teneur en CO₂ de 8,12 %.

L'analyse moyenne de ces deux groupes ne présente que de petites différences.

Elements	Groupe 1 - (%)	Groupe 2 - (%)
SiO_2	48,1	55,9
Al_2O_3	8,03	10,40
Fe_2O_3	4,18	2,73
MgO	1,59	1,54
CaO	13,5	6,9
UO_2	0,49	0,49
Na_2O	2,91	4,34
CO_2	12,9	8,1
S	0,06	0,11
Mo	0,103	0,094
U_3O_8	0,123	0,184
Ti, Bi, Co, Au, Pb, Zr, V, Cd	Traces non dosables	Traces non dosables

2.3. PREPARATION DE L'ECHANTILLON

=====

2.3.1. ECHANTILLONAGE :

Dans le cadre de notre travail, nous avons procédé à une prise d'échantillons prélevée des versés pauvres de TINGAOUINE. Les échantillons ont été pris bloc par bloc et testés au scintillomètre SPP 2, en vue de vérifier l'émission gamma d'Uranium captée, devant pratiquement être incluse dans la fourchette :

800 à 2.500 coups/seconde, représentant une équivalence teneur comprise entre 200 et 500 p.p.m pour ce fait, une saignée a été effectuée afin de permettre une prise suffisante d'autant plus que les essais de lixiviation en tas nécessitent une quantité importante. (voir figure ci-après)

2.3.2. PREPARATION DE L'ECHANTILLON

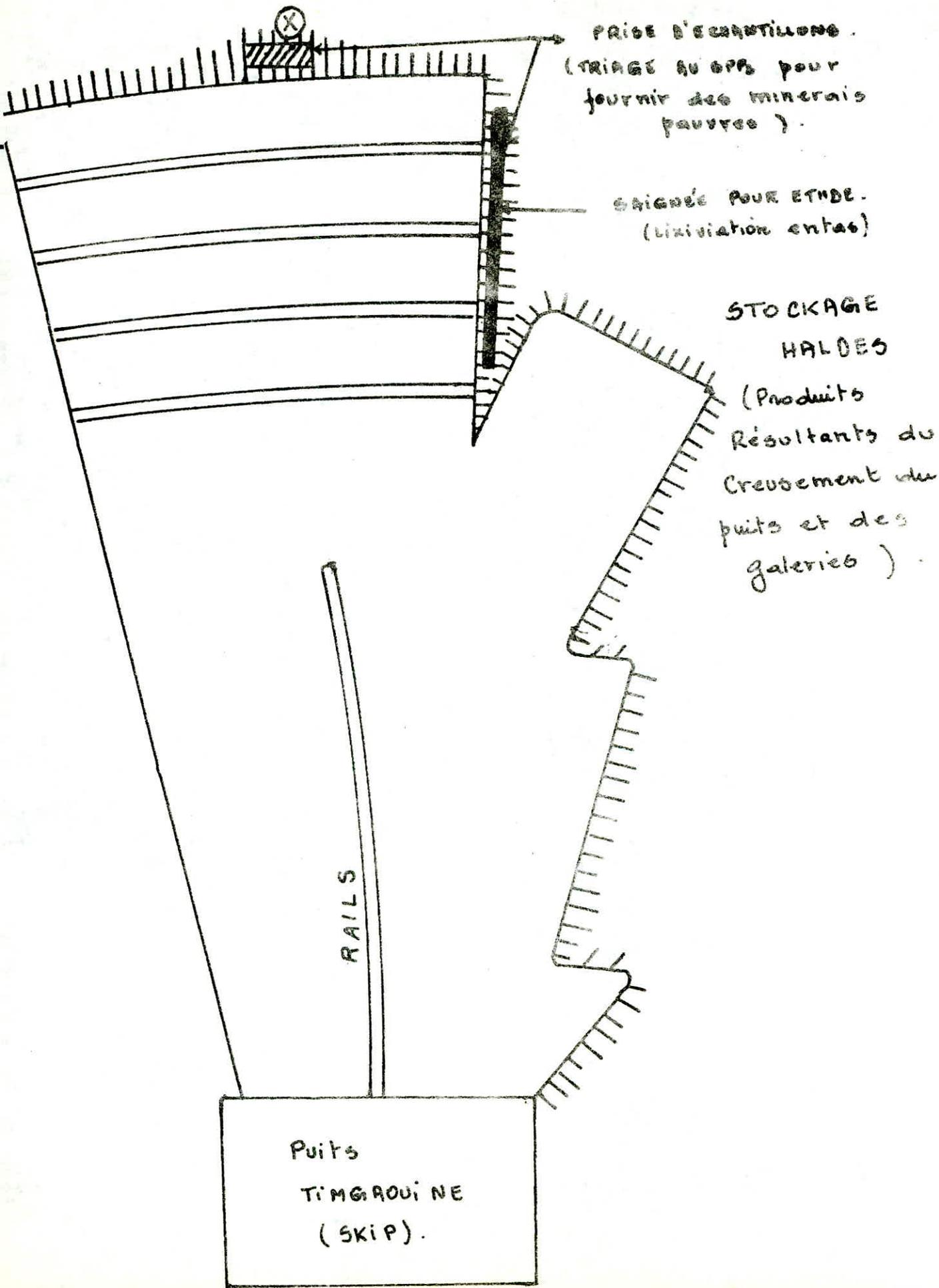
Dans un premier temps, nous avons sélectionné deux fûts de minerai prélevé des versés pauvres de TINGAOUINE (environ 400 kilogrammes) ayant une radiation mesurée au "Scintillmètre SPP 2" comprise entre 800 et 2.500 coups/Seconde.

- Un fût destiné à l'étude de la granulométrie $0 \frac{2}{3}$ 30 mm. et l'autre à la granulométrie $0 \frac{2}{3}$ 3 mm.

- Un quartage après concassage et broyage a été fait pour chaque souche pour obtenir l'échantillon moyen destiné à l'analyse chimique.

Sur une autre portion des deux souches, nous avons procédé à une analyse granulométrique globale.

.../...



PRISE D'ECCHANTILLONS.
(TRIAGE AU GRS pour
fournir des mineraux
pauvres).

SAIGNÉE POUR ETUDE.
(lixiviation entas)

STOCKAGE
HALDES
(Produits
Résultants du
Creusement du
puits et des
galeries).

RAILS

Puits
TIMBAOUI NE
(SKIP).

2.3.3. ANALYSE DE L'ECHANTILLON

- La mise en oeuvre de toute technique de concentration minérale impose comme préalable, une mise en condition du minerai par fragmentation (concassage, broyage) et classement granulométrique adaptés aux dimensions des différents constituants minéraux que l'on cherche à séparer.

- La bonne conception et la conduite de ces opérations, qui représentent des coûts d'exploitation, la plupart du temps élevés, conditionnent dans une très large mesure le succès de la concentration, du point de vue tant économique que technique.

Un minerai peut être caractérisé par plusieurs niveaux d'homogénéité et dans le cas de l'uranium l'hétérogénéité est non seulement physique (granite silicifié, granite bréché, granite ferrugineux) mais aussi chimique (minéraux tétravalents, minéraux hexavalents et dans chaque cas multiplicité de minéralisations).

A chaque niveau correspondra un choix de technique et un bilan optimal de séparation. Dans le cas des procédés physiques, la séparation théoriquement la plus parfaite devrait se situer au niveau de la libération totale des constituants minéralogiques.

2.3.3.1. CONCASSAGE

- Les échantillons prélevés sur le site minier se sont révélés d'une particulière dureté.

.../...

TABLEAU N° 1

- 35 -

Classes Granulométriques (mm)	Poids des Fractions		% Refus Cumulés	% Passés Cumulés
	poids (g)	poids %		
$d > 2$	1649,5	41,10	41,10	58,90
$1,25 < d < 2$	881,0	21,95	63,05	36,95
$1 < d < 1,25$	347,8	8,67	71,72	28,28
$0,8 < d < 1$	180,0	4,49	76,21	23,79
$0,5 < d < 0,8$	310,0	7,72	83,93	16,07
$0,25 < d < 0,5$	281,5	7,02	90,95	9,05
$d < 0,25$	363,2	9,05	100	0
TOTAL :	4013	100		

pourcentage massique en fonction des classes granulométriques.

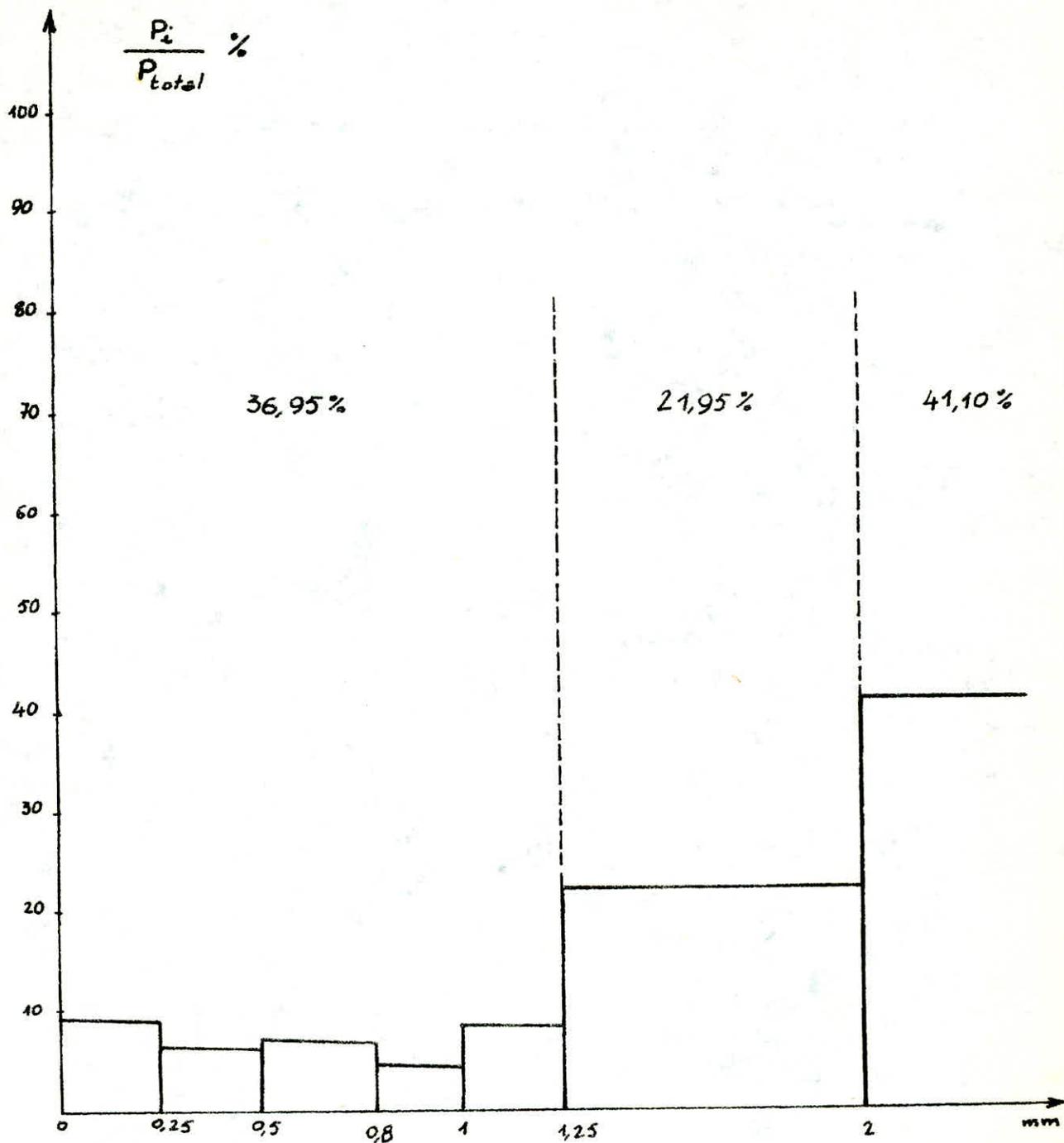
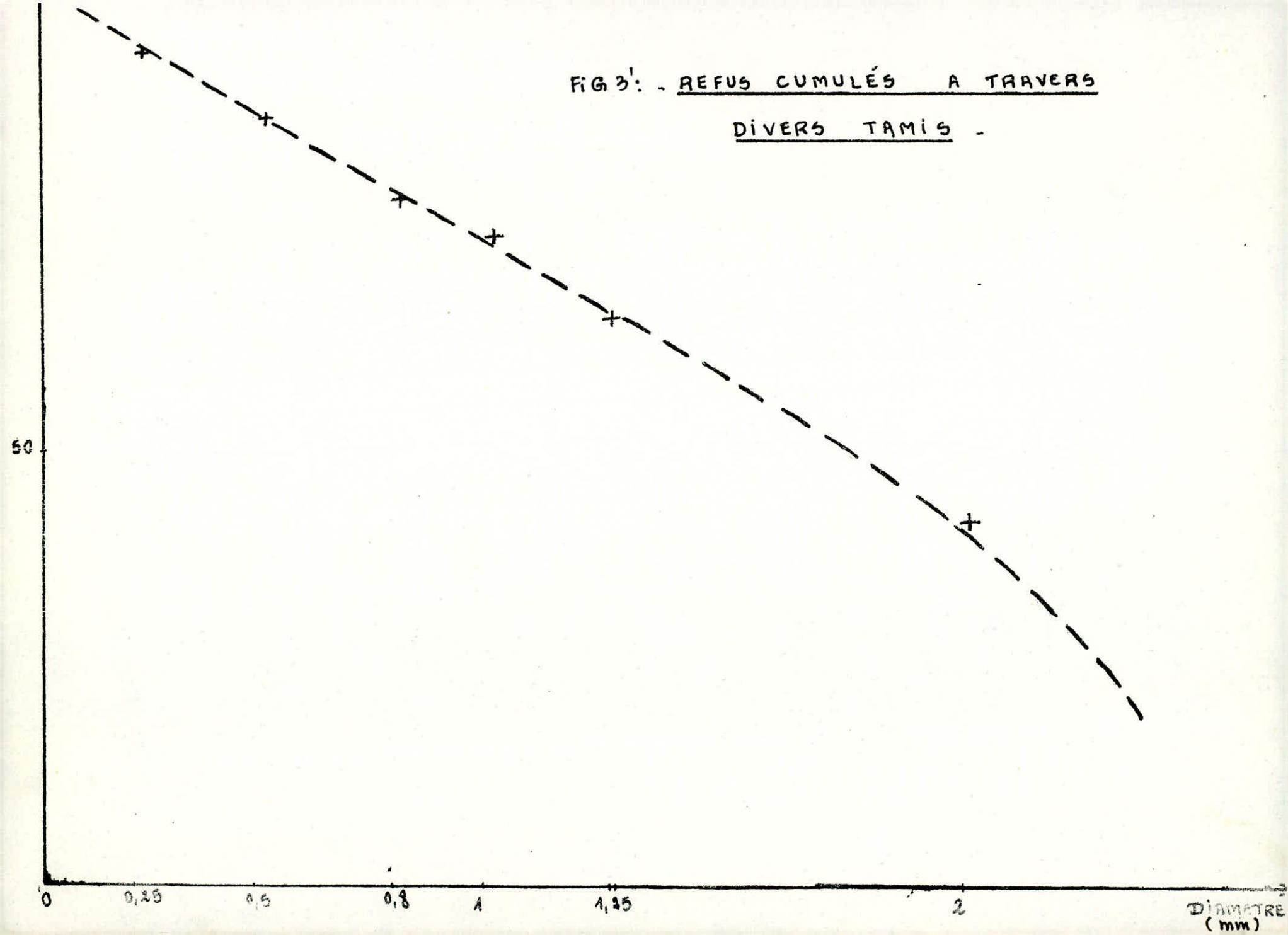


fig 3 : Pourcentage en poids, en fonction des classes granulométriques

FIG 3: - REFUS CUMULÉS A TRAVERS
DIVERS TAMIS -



Le minerai a subi un concassage primaire à l'aide d'un concasseur à machoires jusqu'à des dimensions de quelques centimètres convenant à l'alimentation d'un deuxième concasseur à machoires, à granulométrie finale inférieure à 3 mm.

2.3.3.2. CLASSES GRANULOMETRIQUES ET REPARTITION DE L'URANIUM

Le produit initialement concassé a été soumis à une analyse granulométrique par tamisage. C'est la méthode de mesure directe la plus largement utilisée. Elle consiste à placer, sur une surface comprenant des vides calibrés, un mélange de particules.

Les particules dont deux dimensions au moins sont inférieures aux dimensions des vides traversent la surface, les autres sont retenues.

Dans cette analyse granulométrique, on a utilisé comme surfaces tamisantes des toiles métalliques tissées à mailles carrées (tamis). Le tableau 1 et les figures 3 et 3' présentent les résultats de cette analyse granulométrique.

Nous nous sommes particulièrement intéressés à la répartition de l'uranium dans les différentes classes granulométriques par analyse radiométrique (figure 4 et tableau 2) et par analyse volumétrique (figure 5 et tableau 3). On note bien un enrichissement dans les fractions les plus fines, mais les récupérations restent faibles (moins de 30 %).

La figure 6 et 7 présentent les pourcentages en poids d'uranium selon les classes granulométriques.

La figure 8 par contre présente le pourcentage en poids d'uranium en fonction du pourcentage en poids du minerai.

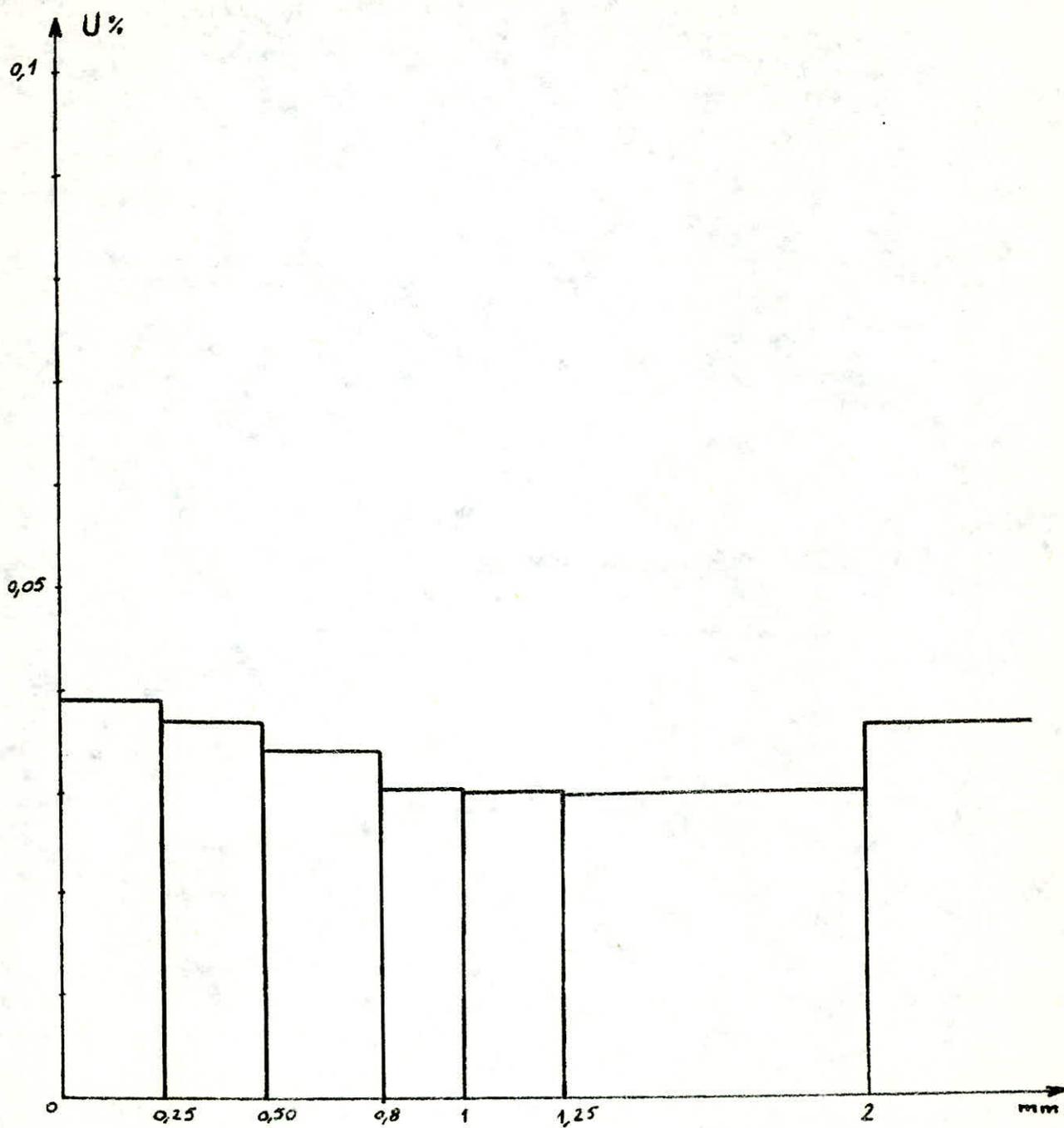


fig 4 : Analyse Radiométrique des classes granulométriques

TABLEAU N° 3

Classes Granulométriques (mm)	Poids des Fractions		Uranium %	Poids Ura- nium (gr)	% Poids
	poids (g)	% poids			
$d > 2$	1649,5	41,10	0,037	0,610	36,55
$1,25 < d < 2$	881,0	21,95	0,039	0,343	20,55
$1 < d < 1,25$	347,8	8,67	0,043	0,150	8,98
$0,8 < d < 1$	180,0	4,49	0,043	0,077	4,62
$0,5 < d < 0,8$	310,0	7,72	0,046	0,143	8,56
$0,25 < d < 0,50$	281,5	7,02	0,052	0,146	8,75
$d < 0,25$	363,2	9,05	0,055	0,200	11,98
TOTAL :	4013	100		1,669	99,99

pourcentage en poids d'uranium dans chaque granulométrie

Teneur moyenne : 0,045 %

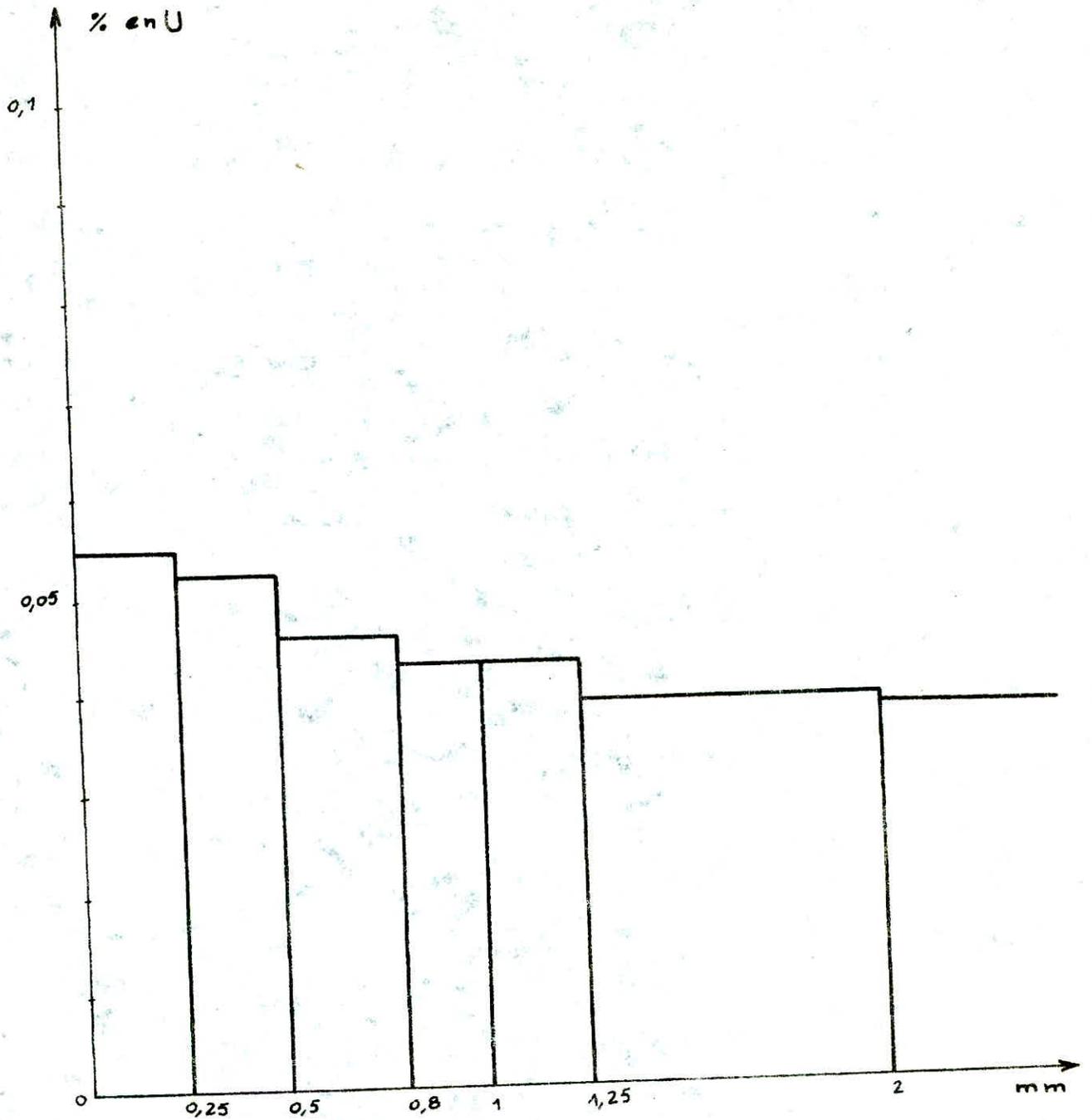


fig 5 : Analyse Volumétrique des classes granulométriques

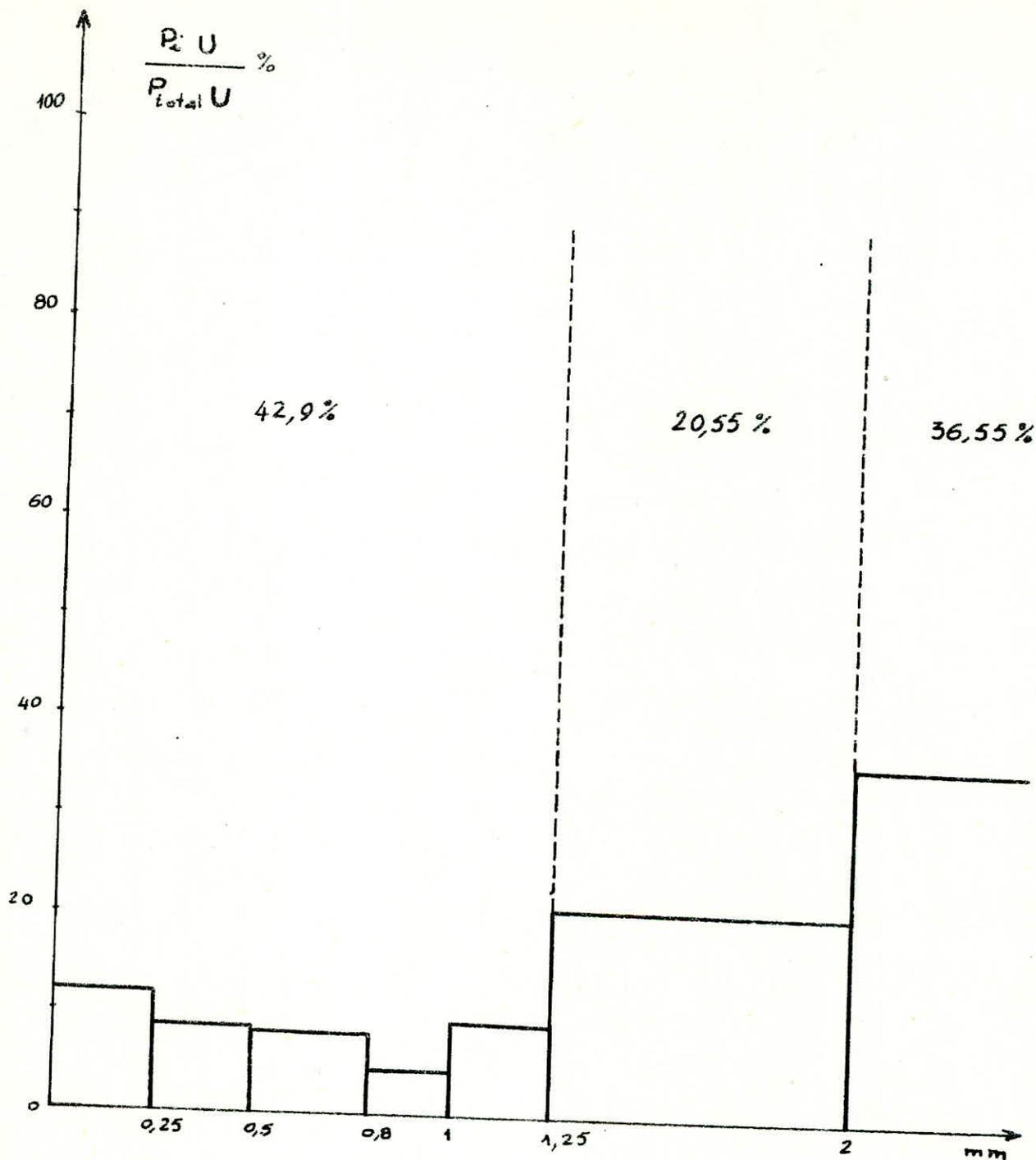


fig 6 : Pourcentage en poids d'Uranium dans
 chaque classe granulométrique

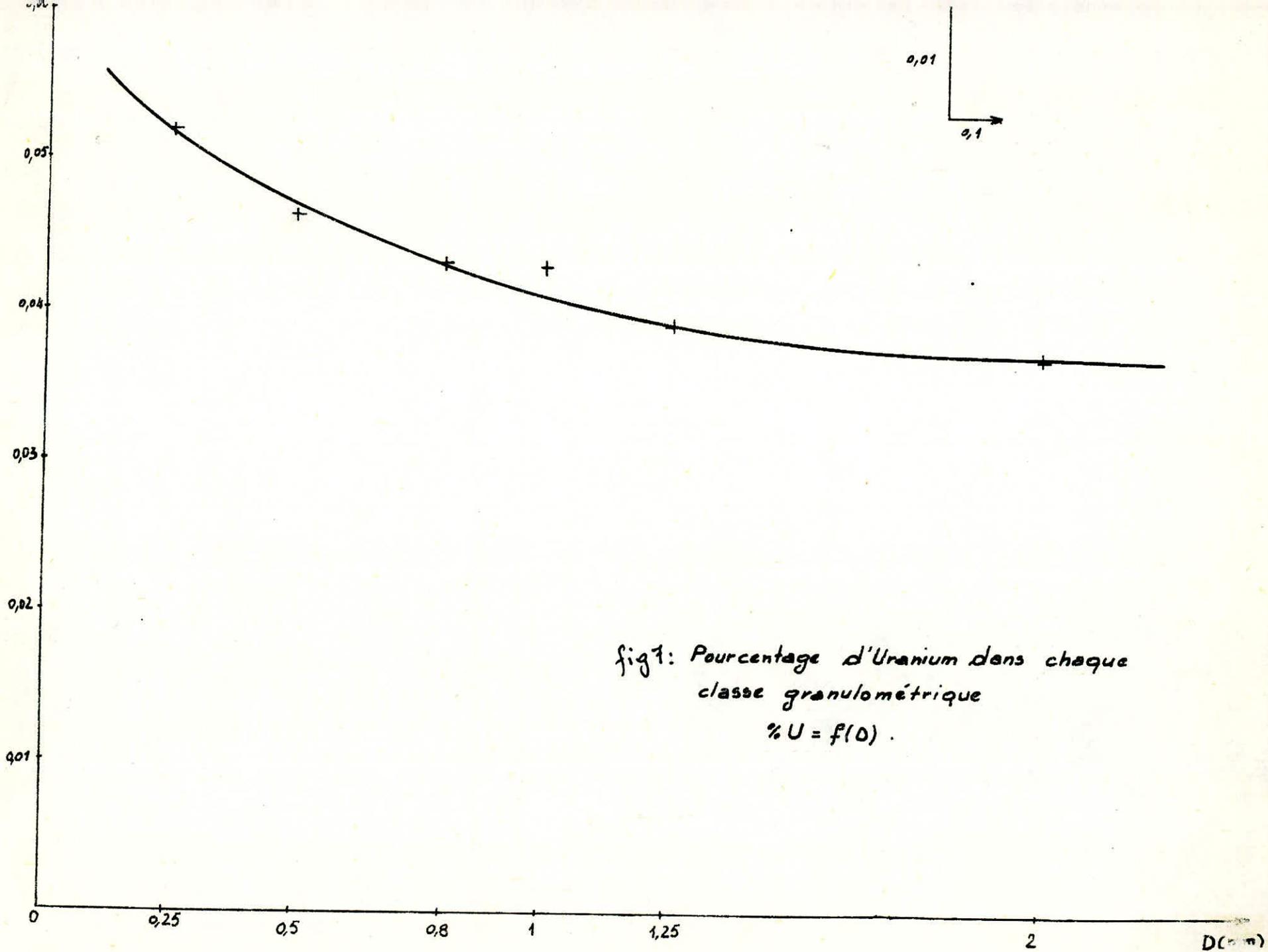


fig 7: Pourcentage d'Uranium dans chaque
 classe granulométrique
 $\% U = f(D)$.

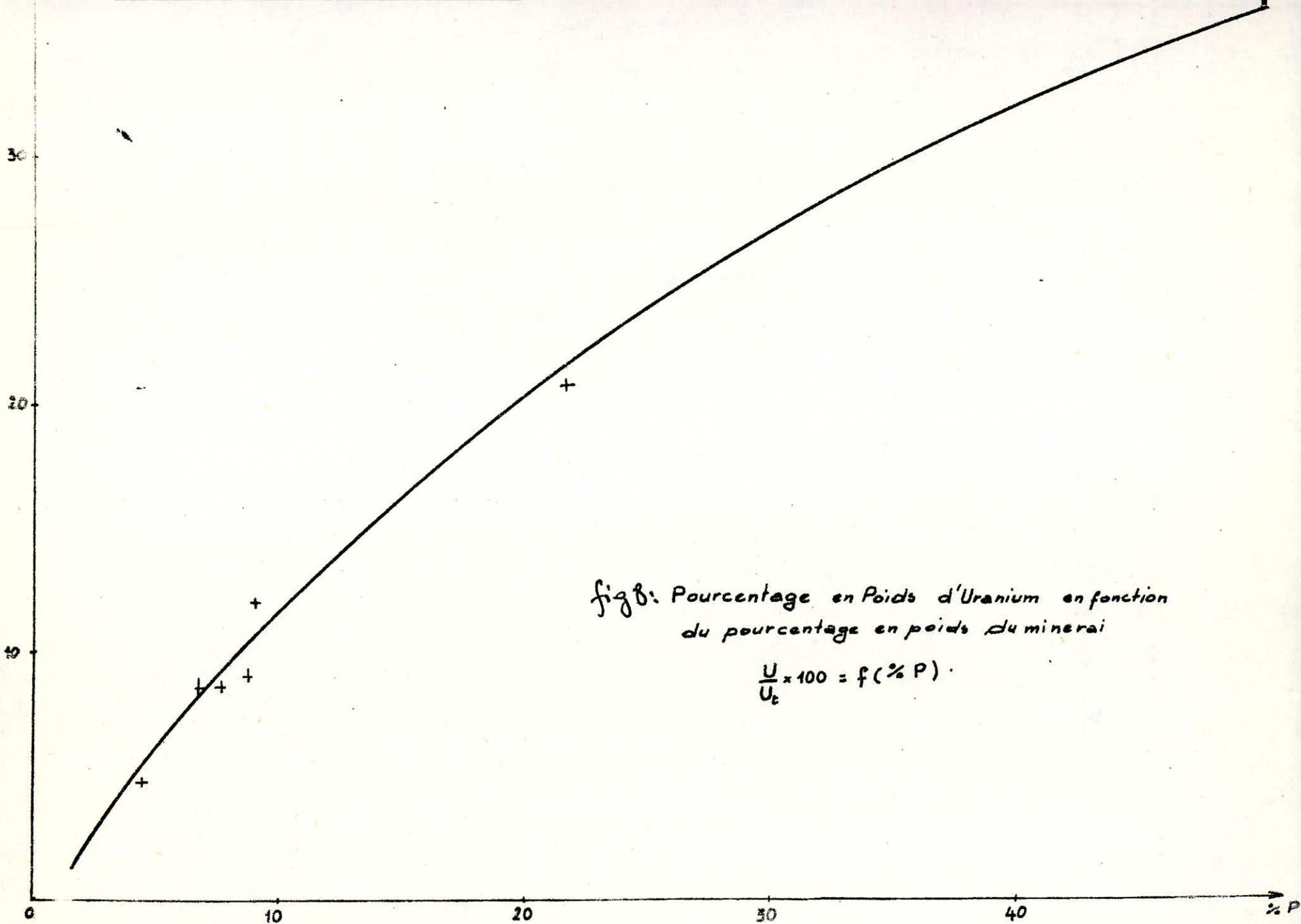


fig 8: Pourcentage en Poids d'Uranium en fonction
du pourcentage en poids du minerai

$$\frac{U}{U_c} \times 100 = f(\% P)$$

2.3.3.3. ANALYSE DU MINERAL

Avant d'effectuer nos expériences sur un lot de minerai, nous avons effectué des analyses semi-quantitatives et quantitatives. Le résultat de ces analyses figurent au tableau 4.

2.3.3.3.1. ANALYSE SEMI-QUANTITATIVE

Réalisé au Laboratoire de la SONAREM, l'analyse par spectrographie par émission a permis de donner les résultats suivants :

- Eléments majeurs : Si ; Fe ; Ca ; Mg ; Al ;
- Eléments mineurs : Mn ; Ni ; Co ; W ; V ; Cr ; Cu ;
Pb ; Ag ; Sb ; Bi ; As ; Zn ; Sn ;
Ge ; Ga ; Sr ; Ba ; Mo.

2.3.3.3.2 ANALYSE QUANTITATIVE

Cette analyse concerne essentiellement l'uranium et les éléments majeurs.

L'uranium a été dosé par oxydo-réduction après une précipitation sélective du phosphate d'uranium tétravalent (voir annexe : méthodes d'analyses).

Les éléments majeurs ont fait l'objet d'examen en utilisant les méthodes classiques (voir annexe : méthodes d'analyses).

On retiendra particulièrement pour le minerai de TIMGAOUINE le taux élevé en oxydes de calcium et en CO₂, indiquant un taux élevé en carbonates (10 à 13 %), éléments consommateurs d'acides.

.../...

Teneur (%)	ELEMENTS			MAJEURS			
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	CO ₂
1	69,80	10,10	2,38	6,25	1,45	0,11	5,48
2	69,60	9,96	2,38	6,25	1,32	0,11	5,30

Elements	ELEMENTS						MINEURS			
	Mn	Ni	Co	W	V	Gr	Mo	Cu	Pb	Ag
Teneur (ppm)	200	20	60	15	5	100	300	35	250	3,5
Elements	Sb	Bi	As	Zn	Sn	Ge	Ga	Sr	Ba	
Teneur(ppm)	-	< 3	100	200	< 4	-	40	400	-	

TABLEAU N° 4 : Analyse quantitative et semi-quantitative du minerai de Timgaouine.

2.3.3.3.3. TENEUR EN URANIUM

Nous avons déterminé la teneur moyenne en uranium de notre minerai en analysant six échantillons de deux grammes chacun prélevés après un quartage représentant deux lots de trois échantillons chacun. Ces lots sont représentatifs des granulométries :

0 $\frac{3}{4}$ mm et 0 $\frac{30}{4}$ mm

- Le tableau suivant présente les résultats

Essai	1	2	3
U (%) 0 $\frac{3}{4}$ mm	0,0447	0,0435	0,0440
U (%) 0 $\frac{30}{4}$ mm	0,190	0,195	0,191

La teneur moyenne est de :

- Pour 0 $\frac{3}{4}$ mm

$$t = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 T_i \times 100 = 0,04406 \%$$

- Pour 0 $\frac{30}{4}$ mm

$$t = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 T_i \times 100 = 0,192 \%$$

$$\text{La reproductibilité} = \frac{t_{\text{maximale}} - T_{\text{minimale}}}{\text{Teneur moyenne}} \times 100$$

.../...

Pour la précision des mesures vu que le dosage de l'uranium par la méthode volumétrique étant précis, l'erreur effectués sur les teneurs sera essentiellement celle de la teneur moyenne et notamment de la reproductibilité ainsi l'erreur est fixée à $\pm 2,8\%$

2.3.3.3.4. POROSITE DU MINERAL

Pour la détermination de la porosité, nous avons travaillé avec la méthode utilisée par le Laboratoire à savoir, le calcul du poids spécifique du minerai, son poids volumique et par suite la détermination du pourcentage de porosité du minerai.

- Détermination Poids Spécifique

- La méthode, dite méthode au pycnomètre repose sur un nombre de pesées déterminé.

N° du Pycnomètre	30	20	99	46	65	37
m1 (g)	43,9079	42,5560	42,5519	45,8912	40,8323	44,3548
m2 (g)	37,2850	34,1833	33,5439	36,9401	30,4199	36,9627
m3 (g)	137,0620	133,9274	133,2965	136,6210	130,0718	136,7110
m4 (g)	141,1415	139,1561	138,9094	142,2113	136,6585	141,3034
Poids spécifique (g/cm ³)	2,604	2,663	2,653	2,663	2,7216	2,640

Où

m1 = Poids du Pycnomètre + minerai

m2 = Poids du Pycnomètre vide

m3 = Poids du Pycnomètre + eau à T = 20°C

m4 = Poids du Pycnomètre + eau + minerai à 20°C

γ_1 = Poids spécifique de l'eau à T = 20°C

$$Ps \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{(m1 - m2) \cdot V1}{(m1 - m2) + m3 - M4}$$

$$Ps = \frac{\sum_{i=1}^6 Psi}{6}$$

$$Ps = 2,657 \text{ g/cm}^3$$

- Détermination du Poids volumique

Le principe consiste en des pesées du minerai à l'état normal, du minerai paraffiné et après l'avoir immergé entièrement dans un récipient plein d'eau.

N° Echantillon	1	2	3	4
Masse du bloc de minerai à l'état sec m1 (g)	53,62	40,38	91,20	38,83
Masse du bloc de minerai paraffiné m2 (g)	60,8	46,68	97,5	43,58
Masse du bloc de minerai paraffiné dans l'eau - m3 (g)	27,75	24,11	55,50	23,59
Poids Volumique (g/cm3)	2,117	2,556	2,589	2,609

Où

m1 = Poids de l'échantillon à l'état sec

m2 = Poids de l'échantillon paraffiné

m3 = Poids de l'échantillon paraffiné dans l'eau

.../...

$$Pv \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{m1}{\frac{m1 - m2}{\gamma_1} + \frac{m2 - m3}{\gamma_2}}$$

$$Pv \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{m1 \times \gamma_1 \times \gamma_2}{\gamma_2 (m1 - m2) + \gamma_1 (m2 - m3)}$$

Où :

γ_1 = densité de la paraffine = 0,93 g/cm³

γ_2 = densité de l'eau à 20°C = 1 g/cm³

$$Pv \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{4 \text{ Pvi}}{4}$$

$$Pv = 2,467 \text{ g/cm}^3$$

- DETERMINATION DU POURCENTAGE DE LA POROSITE

Ceci est donné à l'aide de la formule :

$$\% \text{ Porosité} = \left(1 - \frac{Pv}{Ps}\right) \times 100$$

Où :

Pv - Poids volumique du minéral (g/cm³)

Ps - Poids Spécifique du minéral (g/cm³)

Ce qui nous donne comme résultat :

$$\underline{\underline{\text{Porosité} = 7,15 \%}}$$

Nous remarquons que la Porosité du minéral est faible ce qui nous amène à dire que la pénétration de la solution d'attaque risque d'être faible.

.../...

2-4/ METHODOLOGIE2-4.1: But recherché

L'objectif essentiel étant l'obtention d'un rendement d'extraction de l'uranium optimum à partir d'une lixiviation en tas alcaline utilisant les liqueurs résiduaires issues des purges de l'usine de traitement.

2-4.2: Appareillage utilisé

Dans le cadre de notre travail, nous avons utilisé le montage suivant:

(voir schéma ci-après)

- Un cylindre vertical (2) en tôle de 40 cm de diamètre environ et de 90 cm de hauteur, dans lequel on introduit le minerai à lixivier.

Le bas du cylindre est disposé sur un matériau étanche: tôle, recouverte d'une feuille de plastique, légèrement incliné pour permettre l'écoulement et la récupération des liqueurs.

- Un cylindre vertical en tôle (1) de 50 cm de diamètre environ et de 40 cm de hauteur, servant de réservoir supérieur en charge où l'on remonte périodiquement les solutions collectées en bas du tas par l'intermédiaire d'une pompe (4).

L'arrosage se fait à l'aide d'un tuyau en cuivre (6) (serpentin de 14 mm de diamètre) percé de trous distants de 3 Cm dont le débit est réglé manuellement par le biais d'une vanne (5).

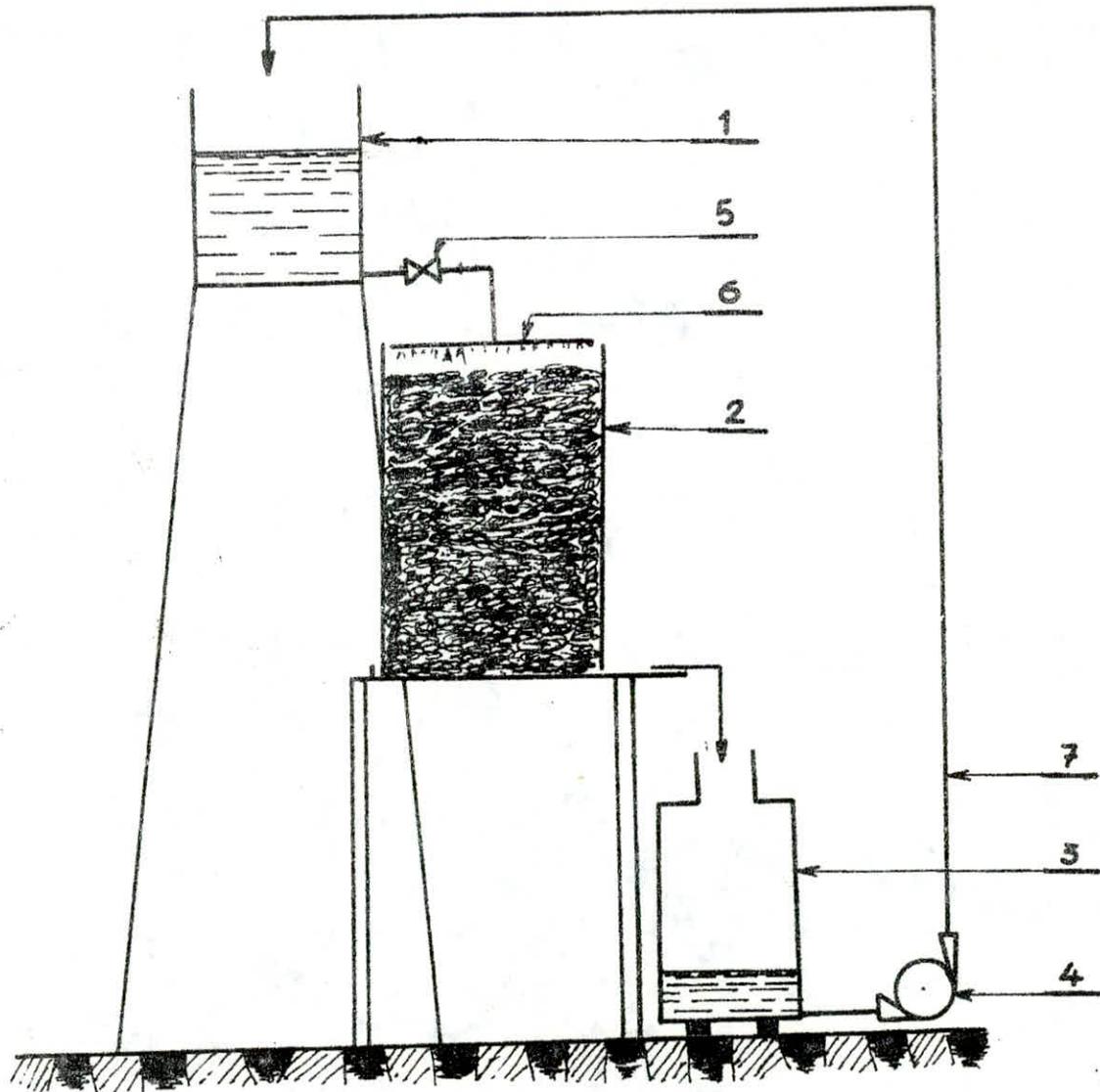


Schéma de l'installation de la lixiviation en tas.

Un récipient de collecte (3) (récipient inférieur) en verre directement relié à la pompe. L'écoulement se fait grâce à un tuyau en plastique.

Le barbotage de la solution (effluent) se fait à l'aide d'air comprimé et ceci afin de permettre une homogénéisation de la solution.

Le recyclage de la solution se fait par une tuyauterie en plastique (7) directement relié à la pompe.

2-4-3/ Déroulement d'une Expérience

La préparation de la colonne de minerai se fait en veillant à l'absence de **classification** granulométrique lors du remplissage. Une fois la colonne remplie jusqu'à environ 10 cm du bord, elle est pesée avant d'être placée sur son support.

On met 50 Litres de liqueur contenant à l'origine 4 Kg de $\text{Na}_2 \text{CO}_3$, 0, 750 Kg de NaHCO_3 et 1, 750 Kg de $\text{Na}_2 \text{SO}_4$ (reconstitution des liqueurs résiduelles), dans le récipient inférieur préalablement taré. La contenance de ce récipient est pesée à savoir sa tare T et le récipient plein P.

L'opération consiste à remonter le liquide dans le récipient supérieur avant de mettre en service l'arrosage à un débit de 4 à 5 litres par heure pour aboutir à un arrosage régulier sur la surface de la colonne

On laisse se vider le récipient supérieur en surveillant la fin de l'écoulement de la colonne vers le récipient inférieur (gouttes).

On s'assure que le récipient supérieur est vidé dans le récipient inférieur pour peser ce dernier.

On détermine alors un poids P1.

La différence P-P1 représente la rétention dynamique.

Ensuite, on remet en service l'écoulement de la colonne vers le récipient inférieur jusqu'à l'arrêt complet de l'écoulement et on pèse à nouveau le récipient inférieur P2.

La différence P-P2 représente la rétention statique.

Le liquide est remis dans le récipient supérieur avec la remise en service de l'arrosage (la remontée de la liqueur s'opère à l'aide d'une pompe). Le liquide est laissé pendant 24 Heures dans le récipient inférieur pour se rassembler.

On agite la solution pendant 2 minutes à l'air comprimé avant de prélever un échantillon du liquide pour l'analyse de l'uranium (la prise est de 100 cc).

Les analyses d'uranium se font à intervalle de 24 H pendant une semaine et toutes les 48 H ensuite (le volume est maintenu à 50 l).

L'opération se poursuit jusqu'à l'obtention successive de 2 ou 3 analyses identiques.

A la fin des opérations, on contrôle le Na_2CO_3 et le NaHCO_3 dans la solution en s'assurant un égouttage complet de la colonne pour vérifier le bilan matières.

Le lavage de la masse de minerai se fait avec de l'eau, distribuée de façon identique que pour la liqueur en utilisant une quantité d'eau représentant 2 à 3 fois le volume d'attaque.

Le liquide de lavage est séparément récupéré, mélangé, puis dosé en uranium et carbonates.

La masse ainsi lavée est concassée, broyée et quartée pour permettre de déterminer par analyse, l'uranium résiduel.

Cette analyse de l'uranium (annexe: méthodes d'analyses) dans les solutions de lixiviation (effluents recueillis) et dans le minerai traité permet de déterminer les rendements de lixiviation selon la formule:

$$R\% = \frac{U \text{ lixiviation}}{U \text{ lixiviation} + U \text{ résiduel}} \times 100$$

2.4.4. - PARAMETRES ETUDIES

L'optimisation d'un procédé de lixiviation consiste à définir les conditions rendant la vitesse de dissolution et de rendement de l'opération maximum pour un prix de revient minimal.

Pour une première approche, nous avons choisi le paramètre le plus important dans le cas de la lixiviation alcaline qui est :

- la taille des particules.

Dans la conduite de notre travail, nous avons testé les effets de taille sur une colonne dont le diamètre a été maintenu constant ainsi que la hauteur.

Les granulométries étudiées étant :

- la tranche granulométrique $0 \div 3$ mm

- la tranche granulométrique $0 \div 30$ mm

Nous avons étudié l'incidence de la granulométrie sur l'évolution du rendement de solubilisation de l'uranium en fonction du temps et ce pour ces deux tranches granulométriques.

2.5. - RESULTATS OBTENUS

- Principe du traitement :

Il est basé sur la mise en solution de l'uranium sous forme d'un composé solide à l'état liquide sous forme de complexe uranyl carbonaté.

2.5.1 - ETUDE DE LA TRANCHE GRANULOMETRIQUE 0 ÷ 3 mm

- Données de base

- Poids du minerai : 150 kg

P 1 = Poids de la solution après fermeture : 43,9 kg

P 2 = Poids de la solution après arrêt écoulement : 51,5 kg

P = Poids de la solution début essais : 64 kg

Teneur calculée du tout venant = U : 440,6 ppm

Retention dynamique : $64 - 43,9 = 20,1$ kg

Retention statique : $64 - 51,50 = 12,5$ kg.

RESULTATS D'ANALYSES DES EFFLUENTS RECUEILLIS (0 ÷ 3 mm)

Jours	Uranium récupéré mg / l	Uranium Total récupéré dans la liqueur (g)	Taux de récupération (%)
1er jour	211,14	6,777	10,25
4ème "	180,50	6,952	10,52
5ème "	240,12	11,525	17,44
6ème "	306,36	14,705	22,25
7ème "	302,22	15,413	23,32
8ème "	336	16,464	24,91
9ème "	324	16,524	25,00
11ème "	384	19,468	29,46
12ème "	392	19,500	29,65
14ème "	396	19,681	29,78
18ème "	406	21,112	31,94
20ème "	434	21,135	31,98
22ème "	434	21,569	32,63
25ème "	438	21,593	32,67
27ème "	431	21,765	32,93
29ème "	445	22,072	33,40
32ème "	445	22,606	34,20
34ème "	449	22,764	34,44
37ème "	460	23,000	34,80
42ème "	467	23,303	35,26

.../...

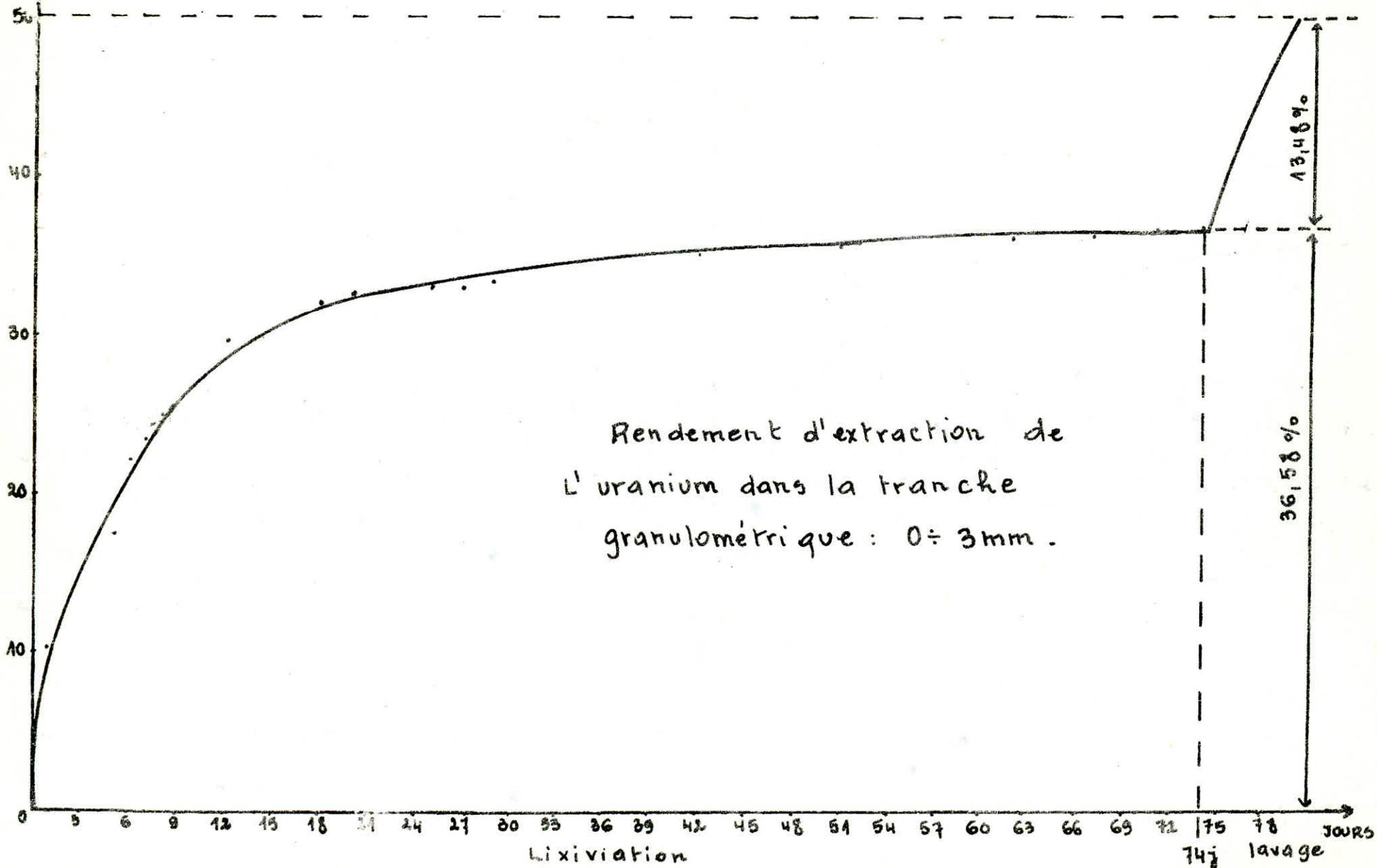
- RESULTATS D'ANALYSES DES EFFLUENTS RECUEILLIS (0 $\frac{1}{2}$ 3mm) ... (suite) ...

Jours	Uranium récupéré mg / l	Uranium Total récupéré dans la liqueur (g)	Taux de récupération (%)
51ème jour	478	23,565	35,65
62ème "	480,2	23,673	35,82
67ème "	487,6	23,989	36,30
71ème "	489,4	24,176	36,58
74ème "	489,4	24,176	36,58

- RESULTAT D'ANALYSE DES EAUX DE LAVAGE

Jour	Uranium récupéré mg / l	Uranium total récupéré dans les eaux de lavage (g)	Taux de récupération (%)
76ème jour	0	0	0
78ème "	60,6	8,914	13,48
80ème "	0	0	0

.../...



- Calcul du taux de récupération :

$$U \text{ Lixivié} = U \text{ solution} + U \text{ eau de lavage}$$

$$U \text{ solution} = 489,4 \text{ ng} / \text{l} \times 49,4 \text{ l}$$

$$\underline{U \text{ solution} = 24,176 \text{ g}}$$

$$R \% (\text{Solution}) = \frac{24,176}{66,09} \times 100$$

$$\underline{R \% (\text{Solution}) = 36,58 \%}$$

$$U \text{ eau de lavage} = 60,6 \text{ ng/l} \times 147 \text{ l}$$

$$\underline{U \text{ eau de lavage} = 8,914 \text{ g}}$$

$$R \% (\text{eau de lavage}) = \frac{8,914}{66,09} \times 100$$

$$\underline{R \% (\text{eau de lavage}) = 13,48 \%}$$

$$U \text{ lixivié} = 24,176 + 8,914 = \underline{\underline{33,09 \text{ g}}}$$

.../....

$$R \% (\text{Uranium total lixivié}) = 36,58 \% + 13,48 \%$$

$$\underline{R \% \text{ Total} = 50,06 \%}$$

- BILAN MATIERES :

$$U \text{ Total} = U \text{ lixivié} + U \text{ résiduel}$$

$$U \text{ résiduel} = \frac{0,022 \times 150}{100} \text{ (kg)}$$

$$\underline{U \text{ résiduel} = 33 \text{ g}}$$

$$\underline{U \text{ Lixivié} = 33,09 \text{ g}}$$

$$\underline{U \text{ total} = 66,09 \text{ g}}$$

$$U \text{ Total} = \frac{0,04406 \times 150}{100} \text{ (kg)}$$

$$\underline{U \text{ Total} = 66,09 \text{ g}}$$

- CONCLUSIONS -

- Nous avons obtenu l'asymptote de mise en solution après 74 jours.
Le rendement de solubilisation a atteint 36,56 %.
L'évaporation journalière était en moyenne de 0,5 l. Nous notons une attaque en surface et cela est dû à la faible porosité du minerai comme il a été signalé précédemment.
- ✓ Nous avons effectué nos essais à une température ambiante avoisinant les 20°C et un pH de l'ordre de 9,85.
- La teneur en Uranium de la solution à la fin des essais est de 489,4 mg /L.
- La teneur en Uranium des eaux de lavage à la fin des essais est de 60,6 mg /l.
- La teneur du minerai lixivié est de : 220 ppm (Uranium résiduel).

.../...

2.5.2. - ETUDE DE LA TRANCHE GRANULOMETRIQUE 0 ÷ 30 mm

Données de base :

Poids du minerai : 133,5 kg

P 1 = Poids de la solution après fermeture : 58,8 kg

P 2 = Poids de la solution après arrêt écoulement : 59,9 kg

P = Poids de la solution au début des essais : 64 kg

Teneur calculée du tout venant U : 1920 ppm.

Retention dynamique : $64 - 58,8 = 5,2$ kg

Retention statique : $64 - 59,9 = 4,1$ kg

CONCLUSIONS :

Nous avons obtenu l'asymptote de mise en solution après 79 jours. Le rendement de solubilisation a atteint 15,74 %. L'évaporation journalière était en moyenne de 0,6 l.

Nous avons noté une attaque en surface à cause de la faible porosité du minerai. La température ambiante de travail était de 20°C et le pH de la solution en moyenne de l'ordre de 9,90.

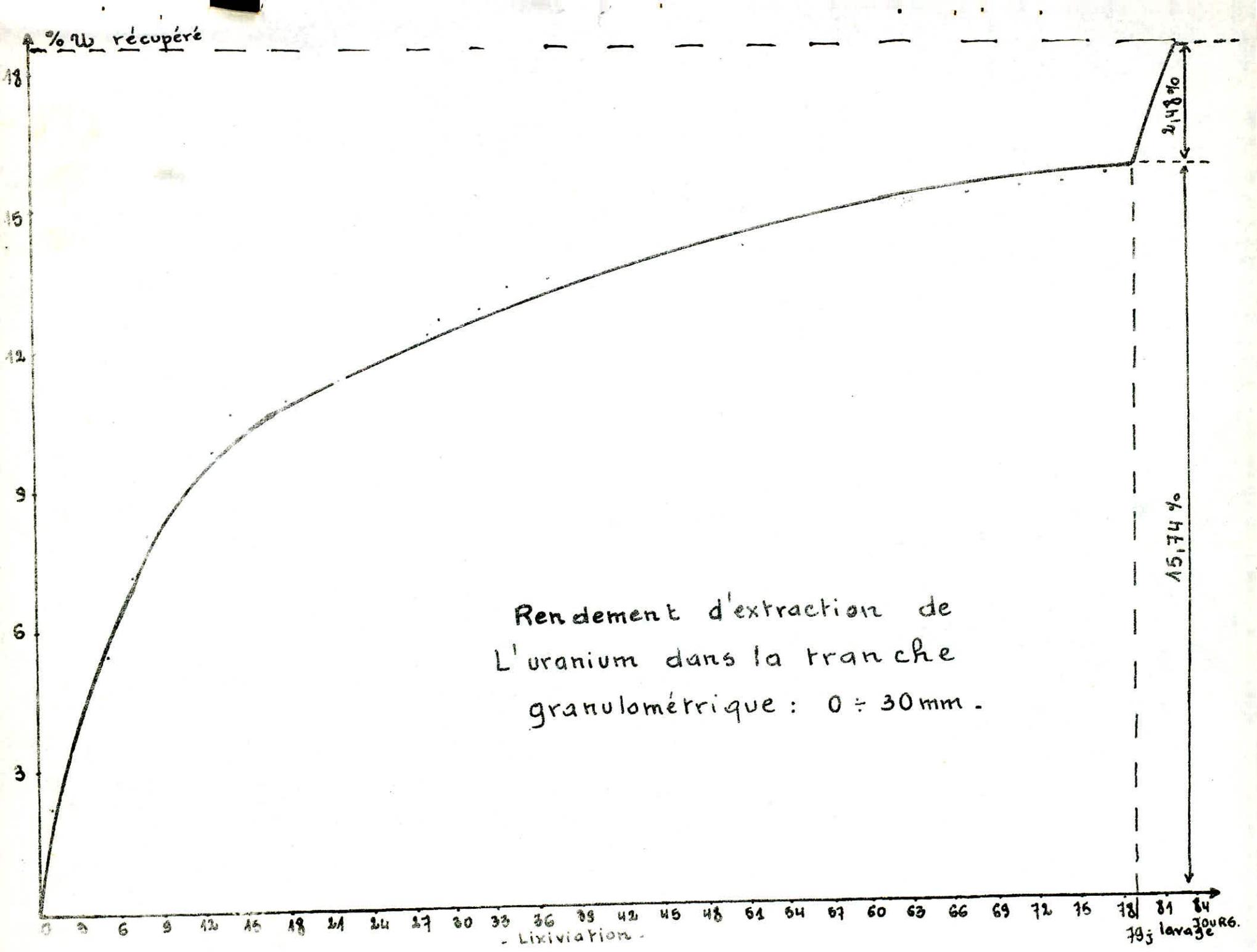
.../...

RESULTATS D'ANALYSES DES EFFLUENTS RECUEILLIS (0 ÷ 30 mm) suite ...

Jours	Uranium récupéré mg / l	Uranium total récupéré dans la liqueur (g)	Taux de récupération (%)
34ème jour	680	34,000	13,26
37ème "	692	34,461	13,44
42ème "	710	34,790	13,57
51ème "	725	35,307	13,77
62ème "	767	37,583	14,66
67ème "	791	38,205	14,90
71ème "	769	38,219	14,91
74ème "	780	38,688	15,09
77ème "	809,6	39,913	15,57
79ème "	816,9	40,356	15,74

RESULTATS D'ANALYSES DES EAUX DE LAVAGE

Jour	Uranium récupéré mg/l	Uranium total récupéré dans les eaux de lavage (g)	Taux de récupération (%)
80ème jour			
81ème jour	43,5	6,368	2,48
82ème jour	43,5		



- La teneur en uranium de la solution à la fin des essais est de 817,0 mg / l.

- La teneur en uranium des ~~eaux~~ de lavage à la fin des essais est de 43,5 gm/l.

- La teneur du minerai lixivié est de : 1570 ppm (uranium résiduel).

Calcul du taux de récupération :

U lixivié = U Solution + U eau de lavage

$$U \text{ Solution} = 816,9 \text{ mg / l} \times 49,4 \text{ l}$$

$$U \text{ Solution} = \underline{40,356 \text{ g}}$$

$$R \% (\text{Solution}) = \frac{40,356}{256,320} \times 100$$

$$R \% (\text{Solution}) = \underline{15,74 \%}$$

$$U \text{ eau de lavage} = 43,5 \text{ mg/l} \times 146,4 \text{ l}$$

$$U \text{ eau de lavage} = \underline{6,369 \text{ g}}$$

$$R \% (\text{eau de lavage}) = \frac{6,369}{256,320} \times 100$$

$$R \% (\text{eau de lavage}) = \underline{2,48 \%}$$

.../...

$$U \text{ Lixivié} = 40,356 + 6,369$$

$$\underline{U \text{ lixivié} = 46,725g}$$

$$R \% (\text{Uranium total lixivié}) = 15,74 \% + 2,48 \%$$

$$\underline{R \% \text{ Total} = 18,22 \%}$$

-- BILAN MATIERES :

$$U \text{ Total} = U \text{ lixivié} + U \text{ résiduel}$$

$$U \text{ Résiduel} = \frac{0,157 \times 133,5}{100} \text{ (kg)}$$

$$\underline{U \text{ Résiduel} = 209,595 \text{ g}}$$

$$\underline{U \text{ Lixivié} = 46,725 \text{ g}}$$

$$\underline{U \text{ Total} = 256,320 \text{ g}}$$

$$U \text{ Total} = \frac{0,192 \times 133,5}{100} \text{ (kg)}$$

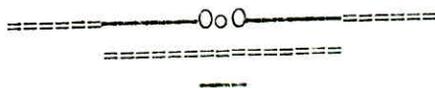
$$\underline{U \text{ Total} = 256,320 \text{ g}}$$

.../...

L'échantillon destiné à l'étude de la tranche granulométrique $0 \div 30$ mm s'est avéré riche et ceci est dû à un triage imprécis.

En dehors, de cette considération, nous avons procédé normalement à l'attaque alcaline. Sur ce, nous constatons que la lixiviation Alcaline n'est pas fonction de la richesse du minerai mais de la granulométrie.

Vu le temps très court, nous étions contraint d'arrêter l'attaque après 78 jours, car cette dernière évoluait de manière très lente et ceci confirme l'importance de la granulométrie dans le cadre de la lixiviation alcaline en tas du minerai marginal de TIMGAOUINE.



— (C) ONCLUSION —
=====

C O N C L U S I O N

Les résultats obtenus pour la tranche granulométrique $0 \div 3$ mm sont encourageants dans un sens où, avec une installation des plus simples et une liqueur alcaline proche de celle des purges on arrive à obtenir un taux de récupération de l'ordre de 50 %.

En première conclusion, nous remarquons que plus nous réduisons la taille des grains, plus le rendement d'extraction augmente. Ceci s'explique, compte tenu que l'attaque alcaline est sélective, par le fait que plus la dimension du minerai est petite plus l'Uranium est atteint par les solutions.

De plus, nous avons constaté que le minerai de TIMGAOUINE sur lequel nous avons opéré, contenant plus d'Uranium tétravalent (Uranium réduit) que d'uranium hexavalent (Uranium oxydé), ce qui montre la nécessité d'oxyder l'uranium quadrivalent.

Nous sommes persuadés qu'une oxydation de l'uranium tétravalent augmenterait de manière très sensible le taux de récupération.

L'analyse des phases du minerai de TIMGAOUINE par tranche granulométrique a donné les résultats suivants :

.../...

TABEAU DES ANALYSES

Maille d'ouverture (mm)	Uranium tétravalent (%)	Uranium Héxavalent (%)	Uranium total U total = U (4) + U (6) %
d > 2	0,023	0,017	0,040
2 > d > 1,25	0,026	0,018	0,044
1,25 > d > 1	0,025	0,018	0,043
1 > d > 0,8	0,031	0,017	0,048
0,8 > d > 0,5	0,033	0,020	0,053
0,5 > d > 0,25	0,033	0,021	0,054
d < 0,25	0,033	0,023	0,056

Les résultats très encourageants des essais malheureusement peu nombreux compte tenu des délais impartis, montrent que la lixiviation en tas par voie alcaline est tout à fait faisable et peut même donner lieu à des performances très intéressantes.

En ce qui nous concerne, nous ne pouvons que recommander la poursuite des essais afin d'optimiser les conditions de la lixiviation en tas.

Ces essais devront être orientés essentiellement vers l'utilisation d'un oxydant approprié.

Nous apprécions le résultat obtenu pour la tranche granulométrique 0 ÷ 3 mm et nous sommes convaincus au terme de notre travail, que

.../...

l'apport d'un oxydant approprié donnera de meilleurs résultats dans le cadre de la lixiviation en tas par voie alcaline du minerai marginal de TIMGAOUINE.

Il est également raisonnable d'envisager, si les résultats sont améliorés pour le minerai marginal, la lixiviation alcaline en tas du minerai riche de TIMGAOUINE.

l'apport d'un oxydant approprié donnera de meilleurs résultats dans le cadre de la lixiviation en tas par voie alcaline du minerai marginal de TIMGAOUINE.

Il est également raisonnable d'envisager, si les résultats sont améliorés pour le minerai marginal, la lixiviation alcaline en tas du minerai riche de TIMGAOUINE.

B I B L I O G R A P H I E

- (1) - HABASHI Fathi, principes of extractive metallurgy volume 2, 1975, Hydrométallurgie, MOSCOU.
- (2) - ZELIKMAN- VOLDMAN- BELAEVSKAIA;
Théorie des procédés hydrométallurgiques,
1975 - MOSCOU
- (3) TIVADOR KIKINDAI, Métallurgie par voie humide ou hydrométallurgie
M 2234, 1981, Techniques de l'Ingénieur
- (4) P.GASOS, J.M JOSA, G.GORDERO, J.L MERINO, A VILLORIA, E.GONZALEZ,
" Application de la lixiviation estatica a minérales marginales de Uranio";

Congrés sao Paulo 17-21 Août 1970
- (5) P. MICHEL, "traitement des minerais d'uranium à faible teneur";

A.I.E.A, Vienne, 1976
- (6) Etude Préliminaire Pétrographique et Métallogénique des gisements Uranifères.
D'Abankor, de Timgaouine, et de TINEF (SONAREM) 1970
- (7) Rapport SONAREM - POISSONNAS (1973)
- (8) ROBERT: C. MERRITT; "The extractive Métallurgy of uranium"
Colorado School of Mines, Research Institute 1970
- (9) BOUDALIA Nouria, Thèse de Magister,
Université d'Alger, Juillet 1979
- (10) CHERIF Ahmed Toufik, thèse de Magister, Université d'Alger,
Juin 1979

17- NNEXE

17- NNEXE

DOSAGE DE L'URANIUM

La méthode de dosage que nous avons utilisée est très longue: elle nécessite deux jours de travail. Cependant elle présente un avantage certain: elle est sélective, efficace et précise.

L'uranium est précipité sous forme de phosphate par l'hydrogénophosphate de sodium, après élimination des sulfures par ajout de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ à 20%.

Après dissolution du précipité de phosphate par l'acide sulfurique à 32%, l'uranium est dosé par oxido-réduction.

Les différentes étapes de cette méthode de dosage sont les suivantes:

1- ATTAQUE ET MISE EN SOLUTION DE L'URANIUM

- Une prise d'essai de:

& (a) 1 à 2 g de minerai

& (b) 10 à 50 ml d'une solution de lixiviation est attaquée dans un erlenmeyer de 250 cm³.

- à la prise d'essai (a), ajouter 10 ml de HClO_4 , 5 ml de HNO_3 et amener à sec.

- La prise d'essai (b) est évaporée à sec et reprise par 10 ml de HClO_4 , 5 ml de HNO_3 et amenée à sec.

- Reprendre par 5 ml de HCL et amener à sels humides.

- Ajouter ensuite 1 à 2 ml de HCL et 5 à 10 ml d'eau bouillante.

- Rincer les parois de l'erlenmeyer jusqu'à un volume de 50 ml avec l'eau bouillante.

(- Ajouter 5 ml de $\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$ à 20%.

- Porter à ébullition pendant 15 à 20 minutes (recouvrir avec un verre de montre).
- Filtrer la solution à chaud et rincer avec une solution de HCL bouillante, à 1% jusqu'à un volume de 125 ml.
- Neutraliser en présence de méthyl orange.
- Amener à un pH de 1 à 1,5 avec HCL (pour précipiter quantitativement et selectivement l'uranium).

2- PRECIPITATION DE L'URANIUM

- Réduire l'uranium (VI) en uranium (IV) par ajout de 1g de dithonite.
- Précipiter l'uranium par ajout de 10 ml d'une solution de $\text{Na}_2 \text{HPO}_4$ à 10%.
- Ajouter 5 ml de THCL_4 à 0,5% (floculant).
- Laisser reposer pendant 20 minutes puis agiter.
- Laisser ensuite reposer pendant 24 Heures.
- Filtrer et laver avec une solution de HCL à 0,2% jusqu'à élimination totale de la dithionite du précipité (vérifier avec une solution diluée de KMnO_4).

3- DOSAGE DE L'URANIUM

- Le précipité de phosphate d'uranium est solubilisé par une solution de $\text{H}_2 \text{SO}_4$ à 32% jusqu'à un volume final de 50 ml.
- Ajouter 1 à 2 ml de $\text{H}_3 \text{PO}_3$ concentré afin de complexer les ions ferreux gênants.

- Doser avec une solution de $K_2 Cr_2 O_7$ à 0.0168 N en présence de 1 à 2 gouttes d'acide N -phényl- antronilique et 1 à 2 gouttes des dyphenylaminosulfanate de baryum.

Titre: 1 ml de $K_2 Cr_2 O_7$ correspond à 0.002 g.

- Pour des solutions à faible concentration, doser avec $NH_4 VO_3$ à 0.00252 N que l'on dissout dans 250 ml de $H_2 SO_4$ (1.1) en complétant à un litre avec H_2O (effectuer cette opération le lendemain).

Titre: 1ml de $NH_4 VO_3$ correspond à 0.0003g.

-----0o0-----

PRISE D'ESSAI 1g
 ↓
 SECHER
 ↓
 FUSION ALCALINE (Na_2CO_3) à 1000° C.
 ↓
 REPRISE/ H CL DILUE (1:1)
 ↓
 EVAPORATION A SEC
 ↓
 REPRISE /HCL (1:1)+ GELATINE (1%)
 ↓
 FILTRATION

PRECIPITE (SILICE)

CALCINATION (1000°)
 ↓
 Si O₂ (%)
 ↓
 RESIDU
 ↓
 FUSION AU
 PYROSULFATE
 ↓
 S₂

(250 ml) S₁ + S₂ = S₃
 S₄: EDTA (PH = 3 - 4)
 Zn Cl₂ + Xylenol Orange
 S₅: EDTA (PH = 1 - 1,5)
 Acide Sulfoçalicylique
 S₆: EDTA (PH = 10)
 Triethanolamine
 S₇: EDTA (PH = 12 - 13)
 Triethanolamine + Calceine
 S₈: H₂ O₂

Al₂ O₃
 Fe₂ O₃
 CaO + MgO
 CaO
 TiO₂

Complexométrie

Colorimétrie.

