

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département Génie Minier
Entreprise d'Exploitation des mines d'Or (ENOR)
Agence Nationale De Transformation & Distribution De L'or (AGENOR)

Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Minier

Caractérisation et valorisation des rejets miniers porteurs d'or

Réalisé par :

Mustapha Islem ZOUAGHI

Sous la direction de :

Mlle. Amira MERCHICHI MAA

Présenté et soutenu publiquement le (07/09/2020)

Composition du Jury :

| | | | |
|--------------|-------------------------------|-------------------------|-------|
| Président | Mme Nabila Boutouchent-Guerfi | Maitre de Recherche | CRTSE |
| Examineur | M. Malek OULDHAMOU | Maitre de Conférences A | ENP |
| Promoteur | Mlle. Amira MERCHICHI | Maitre-Assistant A | ENP |
| Co-Promoteur | M. Salim CHEMALI | Ing AGENOR - Doctorant | ENP |

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département Génie Minier

Entreprise d'Exploitation des mines d'Or (ENOR)

Agence Nationale De Transformation & Distribution De L'or (AGENOR)

Mémoire de projet de fin d'études

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

Caractérisation et valorisation des rejets miniers porteurs d'or

Réalisé par :

Mustapha Islem ZOUAGHI

Sous la direction de :

Mlle. Amira MERCHICHI MAA

Présenté et soutenu publiquement le (07/09/2020)

Composition du Jury :

| | | | |
|--------------|-------------------------------|-------------------------|-------|
| Président | Mme Nabila Boutouchent-Guerfi | Maitre de Recherche | CRTSE |
| Examineur | M. Malek OULDHAMOU | Maitre de Conférences A | ENP |
| Promoteur | Mlle. Amira MERCHICHI | Maitre-Assistant A | ENP |
| Co-Promoteur | M. Salim CHEMALI | Ing AGENOR - Doctorant | ENP |

ملخص

إن صناعة التعدين في الجزائر وكذلك في العالم في نشاط دائم وتتميز بالعديد من التحديات التي تتطلب مراقبة واسعة مع تتبع صارم من حيث التحكم في نفايات التعدين ومعالجتها. تم تنفيذ هذا العمل بهدف المساهمة في توصيف وتقييم نفايات التعدين الحاملة للذهب. تم إجراء تشخيص على معالجة وتنقية نواتج التكرير من ENOR و AGENOR مع ملاحظة المخاطر البيئية (الكبريتيدات والسيانيدات). أظهرت النتائج أفضل بروتوكولات العلاج، إزالة الكبريت عبر التعويم وإزالة السيانيد باستعمال الهيبوكلوريت. أدت عملية الاستعادة بهجوم كيميائي باستخدام طاولة اهتزاز من أجل التركيز المسبق إلى تحقيق أفضل استعادة للذهب في النفايات. تم تحليل هذه النفايات حيث تم الحكم على صحة النتائج التي تم الحصول عليها من خلال البروتوكولات المقترحة.

الكلمات الدالة : الذهب، نفايات المناجم، المعالجة، إزالة الكبريتيدات، نزع السيانيد، استعادة، الاستخراج.

Abstract

The mining industry in Algeria as well as in the world is in permanent activity and it is characterized by several challenges requiring rigorous broad monitoring with in terms of control and treatment of mining wastes. This work has been done with a view to contributing to the characterization and valuation of mining wastes carrying gold. A diagnosis was carried out on the processing and refining wastes from ENOR and AGENOR while considering the environmental risks (sulphides and cyanides). The results showed the best treatment protocols, desulfurization by flotation and decyanation by hypochlorite. The valuation has been done by chemical attacks with a shaking table preconcentration gave the best recovery of gold in the gold tailings. The wastes were analyzed where the validity of the results obtained by the proposed protocols was judged..

Keywords: Gold, mine wastes, treatment, desulfurization, decyanation, recovery, extraction.

Résumé

L'industrie minière en Algérie ainsi que dans le reste du monde est en activité permanente et se caractérise par plusieurs défis nécessitant une large surveillance avec un suivi rigoureux en termes de contrôle et de traitements des rejets miniers. Ce travail a été fait dans la perspective de contribuer à caractériser et à valoriser les rejets miniers porteurs d'or. Un diagnostic a été mené sur les rejets de traitement et de raffinage de l'ENOR et sur les rejets d'affinage d'AGENOR tout en relevant les risques environnementaux (sulfures et cyanures). Les résultats ont montré les meilleurs protocoles de traitement, la désulfuration par flottation et la décyanuration par l'hypochlorite. La valorisation par attaques chimiques avec une préconcentration par table à secousses a donné la meilleure récupération de l'or dans les résidus aurifères. Les rejets ont été analysés où la validité des résultats obtenus par les protocoles proposés a été jugée.

Mots clés : Or, rejets miniers, traitement, désulfuration, décyanuration, récupération, extraction.

Dédicaces

A ma mère, mon père, mes sœurs, mes nièces, mon neveu et à toute ma famille ;

A ma promotrice, mon chef de département, et à tous mes professeurs ;

A tous mes amis.

Remerciements

Je remercie en premier lieu ma mère Akila GHERIBES et mon père Slimane.

J'adresse mes remerciements à Mlle. Amira MERCHICHI, ma promotrice et enseignante pour son encadrement, son soutien, ses encouragements et ses conseils avisés qui m'ont permis de donner le meilleur de moi-même tout au long de ce projet.

Mes sincères remerciements vont également à M. Malek OULDHAMOU, mon chef de département pour sa serviabilité, ses implications, sa disponibilité tout au long de mon cursus.

Un grand merci à mon co-promoteur M. Salim CHEMALI pour son aide et sa disponibilité ainsi que toute l'équipe de l'AGENOR.

Je souhaite vivement remercier les membres du jury M. Malek OULD HAMOU et Mme. Nabila BOUTOUCHENT GUERFI de m'avoir honoré en acceptant d'examiner mon modeste travail.

Je tiens aussi à remercier tout le personnel de l'ENOR pour leur dynamisme et sympathie ; toute la famille BOUHENNA, M. Guedouar, le centre de recherche CDTA ; Mme. Safia ZOUBIRI et tout le personnel de l'ASG, M. BELGACEM et le personnel du CRAPC.

Pour conclure, ma reconnaissance s'adresse à l'équipe pédagogique du Département Génie Minier de l'École Nationale Polytechnique, à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce mémoire, et à tous ceux qui ont cru en nos capacités.

Table des matières

Liste des tableaux

Listes des figures

Listes des abréviations

Introduction12

Chapitre I : Synthèse bibliographique.....14

| | | |
|-------|---|----|
| 1 | Minerai aurifère..... | 16 |
| 1.1 | Or..... | 16 |
| 1.2 | Gisement aurifère..... | 16 |
| 1.2.1 | Or primaire..... | 16 |
| 1.2.2 | Or secondaire..... | 16 |
| 1.2.3 | Placers..... | 17 |
| 1.3 | Traitement du minerai d'or..... | 18 |
| 1.3.1 | Les procédés de traitement gravimétrique..... | 18 |
| 1.3.2 | Flottation..... | 19 |
| 1.3.3 | Amalgamation..... | 19 |
| 1.3.4 | Lixiviation..... | 20 |
| 1.3.5 | Bio minéralurgie (biolixiviation)..... | 23 |
| 1.3.6 | Affinage..... | 24 |
| 2 | Rejets miniers..... | 26 |
| 2.1 | Types de rejets miniers..... | 26 |
| 2.1.1 | Stériles des travaux de découverte..... | 26 |
| 2.1.2 | Résidus d'exploitation..... | 26 |
| 2.1.3 | Résidus de traitement..... | 26 |
| 2.1.4 | Autres types de résidus..... | 26 |
| 2.2 | Valorisation des rejets miniers..... | 28 |
| 2.2.1 | Les remblais miniers souterrains..... | 28 |
| 2.2.2 | Les amendements alcalins cimentaires..... | 28 |
| 2.2.3 | L'utilisation des rejets miniers comme matériaux de construction..... | 28 |
| 2.2.4 | Réduction du volume d'accumulation..... | 28 |
| 2.2.5 | Elimination des réactifs toxiques..... | 29 |
| 2.2.6 | Elimination des sulfures..... | 29 |
| 2.2.7 | Traitement biologique..... | 29 |
| 2.2.8 | Récupération des éléments utiles..... | 29 |

| | | |
|-------|---|----|
| 3 | Les impacts environnementaux | 30 |
| 3.1 | Grandes quantités de rejets produits..... | 30 |
| 3.2 | Le drainage minier acide | 30 |
| 3.3 | Autres enjeux d'importance..... | 31 |
| 3.3.1 | Les risques de contamination au cyanure..... | 31 |
| 3.3.2 | La grande quantité d'eau nécessaire au traitement de l'or..... | 31 |
| 3.3.3 | Le risque des sites miniers abandonnés..... | 31 |
| 3.3.4 | Les émissions de gaz à effet de serre issues de l'industrie des métaux..... | 31 |
| 3.3.5 | Les risques posés à la santé humaine..... | 31 |
| 3.4 | Exemple dans l'industrie minière..... | 31 |

Chapitre II : Matériels et méthodes.....34

| | | |
|-------|---|----|
| 1 | Sites d'études | 36 |
| 1.1 | ENOR..... | 36 |
| 1.1.1 | Présentation de l'entreprise..... | 36 |
| 1.1.2 | Localisation géographique..... | 36 |
| 1.1.3 | Cadre géologique régional..... | 37 |
| 1.1.4 | Minéralogie des minerais | 37 |
| 1.1.5 | Minéralisation du gisement..... | 37 |
| 1.1.6 | Traitement du minerai d'Amesmeasa..... | 37 |
| 1.2 | AGENOR..... | 39 |
| 1.2.1 | Présentation de l'entreprise..... | 39 |
| 1.2.2 | Traitement..... | 39 |
| 2 | Prélèvement et échantillonnage | 41 |
| 3 | Caractérisation des échantillons avant traitement | 44 |
| 3.1 | Echantillonnage | 44 |
| 3.2 | Caractérisation physico-chimique | 45 |
| 3.2.1 | pH (ISO 10390 : 2005)..... | 45 |
| 3.2.2 | Teneur en eau (NFEN 1097-5) | 45 |
| 3.2.3 | Masse volumique | 46 |
| 3.2.4 | Porosité (NF P94-410-3) | 47 |
| 3.2.5 | Essai au bleu de méthylène (NF P 94-068)..... | 48 |
| 3.2.6 | Analyse granulométrique (NF EN 933-1)..... | 49 |
| 3.3 | Caractérisation minéralogique | 50 |
| 3.3.1 | Diffraction de Rayons X (DRX) | 50 |
| 3.3.2 | Spectroscopie RAMAN..... | 52 |
| 3.4 | Caractérisation chimique | 53 |

| | | |
|-------|--|-----------|
| 3.4.1 | Spectrométrie par fluorescence X..... | 53 |
| 4 | Description des essais | 55 |
| 4.1 | Dépollution..... | 55 |
| 4.1.1 | Désulfuration..... | 55 |
| 4.1.2 | Décyanuration | 57 |
| 4.1.3 | Dosage du cyanure | 60 |
| 4.2 | Valorisation..... | 61 |
| 4.2.1 | Séparation gravimétrique par table à secousses | 61 |
| 4.2.2 | Attaque chimique | 62 |
| 4.2.3 | Caractérisation chimique des solutions par spectrométrie d'absorption atomique SAA | 64 |
| | | |
| | Chapitre III : Résultats et interprétations..... | 66 |
| 1 | Caractérisation des échantillons avant traitement..... | 68 |
| 1.1 | Caractérisation physico-chimique | 68 |
| 1.1.1 | pH | 68 |
| 1.1.2 | Teneur en eau..... | 68 |
| 1.1.3 | Masse volumique | 69 |
| 1.1.4 | Porosité..... | 69 |
| 1.1.5 | Essai au bleu de méthylène..... | 70 |
| 1.1.6 | Analyse granulométrique | 71 |
| 1.2 | Caractérisation minéralogique | 75 |
| 1.2.1 | Diffraction de Rayons X (DRX) | 75 |
| 1.2.2 | Spectroscopie RAMAN..... | 78 |
| 1.3 | Caractérisation chimique | 81 |
| 1.3.1 | Spectrométrie par fluorescence X..... | 81 |
| 2 | Description des essais | 82 |
| 2.1 | Dépollution..... | 82 |
| 2.1.1 | Désulfuration..... | 82 |
| 2.1.2 | Décyanuration | 88 |
| 2.1.3 | Dosage du cyanure | 89 |
| 2.2 | Valorisation..... | 91 |
| 2.2.1 | Séparation gravimétrique par table à secousses | 91 |
| 2.2.2 | Caractérisation chimique des solutions par spectrométrie d'absorption atomique SAA | 92 |
| | | |
| | Conclusion générale..... | 95 |
| | Références bibliographiques..... | 97 |

Liste des tableaux

| | |
|---|----|
| Tableau 1 : Les matériels de traitement qui s'appuient sur les principes de fonctionnement gravimétrique | 18 |
| Tableau 2 Exemples d'opérations commerciales BIOX (Rawlings, 2007) | 23 |
| Tableau 3 : Les différents types des rejets miniers et leurs impacts environnementaux respectifs..... | 30 |
| Tableau 4 : Compositions totales et concentrations des lixiviats des échantillons prélevés à « Esperance » | 31 |
| Tableau 5 : Compositions totales et concentrations des lixiviats des échantillons prélevés à « Dieu Merci » | 32 |
| Tableau 6 : Compositions totales et concentrations des lixiviats des échantillons prélevés à « Saint-Elie » | 32 |
| Tableau 7 : Compositions totales et concentrations des lixiviats des échantillons prélevés à « Yaou » | 32 |
| Tableau 8 : Rejets miniers porteurs d'or | 41 |
| Tableau 9 : Diamètre des tamis utilisés pour l'analyse granulométrique | 49 |
| Tableau 10 : les différents réactifs utilisés et leurs rôles | 55 |
| Tableau 11 : Essais de flottation avec leurs paramètres variables respectifs | 56 |
| Tableau 12 : Mode opératoire du dosage du cyanure | 60 |
| Tableau 13 : Attaques chimiques et leurs paramètres variables respectifs..... | 62 |
| Tableau 14 : Mesure de pH des différents échantillons..... | 68 |
| Tableau 15 : Interprétation des mesures de pH (Calvet & Villemin, 1986) | 68 |
| Tableau 16 : Valeurs des teneurs en eau des trois échantillons de l'étude..... | 68 |
| Tableau 17 Valeurs de la masse volumique apparente des trois échantillons de l'étude..... | 69 |
| Tableau 18 : Valeurs de la masse volumique absolue des trois échantillons de l'étude | 69 |
| Tableau 19 : Valeurs de la masse volumique apparente des trois échantillons de l'étude..... | 69 |
| Tableau 20 : Paramètres de l'essai au bleu de méthylène | 70 |
| Tableau 21 : Analyse granulométrique des RC19 | 71 |
| Tableau 22 : Analyse granulométrique des RC20 | 72 |
| Tableau 23 : Analyse granulométrique des CA..... | 73 |
| Tableau 24 : Coefficient d'uniformité et de courbure des trois types d'échantillons | 74 |
| Tableau 25 : Interprétation de la granulométrie des trois types d'échantillons..... | 74 |
| Tableau 26 Interprétation des résultats de spectroscopie RAMAN..... | 80 |
| Tableau 27 : Pourcentage des éléments métalliques présents dans les échantillons de l'étude | 81 |
| Tableau 28 : Rendement des produits de flottation de l'échantillon RC19 | 82 |
| Tableau 29 : Rendement des produits de flottation de l'échantillon RC20 | 82 |
| Tableau 30 : XRF des produits de flottation de l'échantillon RC19..... | 83 |
| Tableau 31 : XRF des produits de flottation de l'échantillon RC20..... | 83 |
| Tableau 34 : Taux de récupération du fer de l'échantillon RC19 | 84 |
| Tableau 36 : Suivi du pH de la décyanuration par hypochlorite | 88 |
| Tableau 37 : Suivi du pH de la décyanuration par Peroxyde sans catalyseur | 88 |
| Tableau 38 : Suivi du pH de la décyanuration par Peroxyde avec catalyseur | 88 |
| Tableau 39 : Concentration des cyanures | 89 |
| Tableau 40 : Rendement des produits de la séparation gravimétrique | 91 |
| Tableau 41 : Les standards d'étalonnage | 92 |

Liste des figures

| | |
|---|----|
| Figure 1 : Les différents types des gisements du minerai d'or (BRGM, 2004) | 17 |
| Figure 2 : Matériels de traitement qui s'appuient sur les principes de fonctionnement gravimétrique. | 18 |
| Figure 3 : Cellule de flottation d'or (Fu et al)..... | 19 |
| Figure 4 : Amalgames d'or et de mercure..... | 20 |
| Figure 5 : Technique de traitement par lixiviation in-situ (Poulard et al, 2017) | 21 |
| Figure 6 : Technique de traitement par lixiviation en tas (Aurum, 2011) | 21 |
| Figure 7 : Techniques de traitement par lixiviation en réacteur agité (Kartal et al, 2019) | 22 |
| Figure 8 : Techniques de traitement par lixiviation en autoclave (WSF Industries, 2009) | 23 |
| Figure 9 : Techniques de traitement par biolixiviation (Tingyue Gu et al, 2018)..... | 24 |
| Figure 10 : Etapes d'exploitation d'un gisement et les rejets miniers respectifs..... | 27 |
| Figure 11 : Carte de localisation géographique de la mine d'Amesmassa..... | 36 |
| Figure 12 : Différentes phases de traitement du minerai d'or d'Amesmassa | 39 |
| Figure 13 : Processus d'affinage de l'or à AGENOR..... | 40 |
| Figure 14 : Méthodologie de travail | 41 |
| Figure 15 : Rejets miniers provenant de l'ENOR | 42 |
| Figure 16 : Rejets miniers provenant d'AGENOR | 43 |
| Figure 17 : Méthode de quartage (Zerrouqi Zahra, 2009)..... | 44 |
| Figure 18 : Echantillonneur | 44 |
| Figure 19 : Mesure du pH..... | 45 |
| Figure 20 : <i>Mesure de la masse volumique apparente</i> | 46 |
| Figure 21 : Représentation schématique de la méthode du pycnomètre | 47 |
| Figure 22 : Mesure de la masse volumique absolue..... | 47 |
| Figure 23 : Essai au bleu de méthylène | 48 |
| Figure 24 : Tamiseuse vibrante RETSCH AS200..... | 50 |
| Figure 25 : Réflexion des rayons X par une famille de plans réticulaires espacés d'une distance d (Aronica et Jeanneau, 2009)..... | 51 |
| Figure 26 : Equipement de la diffraction des rayons X (D8 ADVANDE, Laboratoire de CDTA) | 52 |
| Figure 27 : Processus de diffusion Raman (Mettler Toledo)..... | 53 |
| Figure 28 : Equipement de la spectroscopie Raman (LabRAM HR EVOLUTION, Laboratoire de CDTA)..... | 53 |
| Figure 29 : Dispositif de la spectrométrie par fluorescence X (Esa Nummi, 2015)..... | 54 |
| Figure 30 : Protocole de désulfuration par flottation..... | 55 |
| Figure 31 : Réactifs chimiques utilisés pour la flottation | 56 |
| Figure 32 : Cellule de flottation (Denver) | 57 |
| Figure 33 : Processus de décyanuration | 59 |
| Figure 34 : Suivi cinétique de la réaction (pH et potentiel redox) | 59 |
| Figure 35 Mode opératoire du dosage du cyanure | 60 |
| Figure 36 : Séparation gravimétrique par table à secousses | 61 |
| Figure 37 : Attaque chimique par l'eau régale (Statique) | 62 |
| Figure 38 : Attaque chimique par l'eau régale (Dynamique)..... | 63 |
| Figure 39 : Attaque chimique par l'hypochlorite de sodium (Dynamique) | 63 |
| Figure 40 : Spectromètre d'absorption atomique Agilent Technologies 200 Série AA (Laboratoire CRAPC) | 64 |
| Figure 41 : Analyse granulométrique des RC19 | 71 |
| Figure 42 : Analyse granulométrique des RC20 | 72 |
| Figure 43 : Analyse granulométrique des CA | 73 |

| | |
|---|----|
| Figure 44 : Spectre de DRX de l'échantillon RC19..... | 75 |
| Figure 45 : Spectre de DRX de l'échantillon RC20..... | 75 |
| Figure 46 : Spectre de DRX de l'échantillon CA | 75 |
| Figure 47 : Spectre de DRX de l'échantillon Rejet Affinage | 76 |
| Figure 48 : Spectre de DRX de l'échantillon Filtre Presse | 76 |
| Figure 49 : Spectre de DRX de l'échantillon Graphite | 76 |
| Figure 50 : Spectre de RAMAN de l'échantillon RC19 | 78 |
| Figure 51 : Spectre de RAMAN de l'échantillon RC20 | 78 |
| Figure 52 : Spectre de RAMAN de l'échantillon CA | 78 |
| Figure 53 : Spectre de RAMAN de l'échantillon Rejet Affinage | 79 |
| Figure 54 : Spectre de RAMAN de l'échantillon Graphite..... | 79 |
| Figure 55 : Teneur en fer et taux de récupération de la flottation principale (RC19) | 84 |
| Figure 56 : Teneur en fer et taux de récupération de la flottation de contrôle (RC19) | 84 |
| Figure 57 : Flow sheet de la flottation de l'échantillon RC19 | 85 |
| Figure 58 : Teneur en fer et taux de récupération de la flottation principale (RC20) | 86 |
| Figure 59 : Teneur en fer et taux de récupération de la flottation de contrôle (RC20) | 86 |
| Figure 60 : Flow sheet de la flottation de l'échantillon RC20 | 87 |
| Figure 61 : Suivi du pH de la décyanuration..... | 88 |
| Figure 62 Concentration des cyanures | 90 |
| Figure 63 : Débit d'eau de la table à secousses..... | 91 |
| Figure 64 : Rendement des concentrés de la séparation gravimétrique..... | 91 |
| Figure 65 : Courbe d'étalonnage de l'argent à 1,5 ppm | 92 |
| Figure 66 : Courbe d'étalonnage de l'or à 1,0 ppm..... | 92 |
| Figure 67 : Courbe d'étalonnage de l'or à 10 ppm..... | 92 |
| Figure 68 : Concentration d'or et d'argent | 93 |

Liste d'abréviations

AGENOR : Agence Nationale De Transformation & Distribution De L'or.

ANPM : Agence Nationale du Patrimoine Minier

CA : Charbon actif.

CDTA : Centre de Développement des Technologies Avancées

CRAPC : Centre de Recherche d'Analyses Physiques et Chimiques

DRX : Diffraction aux rayons X

ENOR : Entreprise d'Exploitation des mines d'Or.

MANAL : Manadjim Aldjazair

pH : Potentiel d'Hydrogène

ORGM : Office National de Recherche Géologique et Minière

RC19 : Rejet cyanuré 2019.

RC20 : Rejet cyanuré 2020.

SAA : Spectroscopie par absorption atomique

XRF : Fluorescence aux rayons X

BET : Théorie de Brunauer, Emmett et Teller

Introduction générale

L'industrie minière est le secteur économique qui regroupe les activités d'exploration et d'exploitation minière. Il s'agit de l'extraction de minéraux, de terres rares et de métaux (dont le cuivre, le fer ou l'or).

L'utilisation de minéraux et de métaux constitue une condition essentielle à l'évolution de l'humanité et au développement des civilisations, depuis les outils en silex jusqu'aux appareils électroniques les plus sophistiqués. Les ressources minières sont essentiellement non renouvelables. De plus, la transition vers des sources d'énergie renouvelables, qui devrait devenir une réalité dans les prochaines décennies, est un facteur qui poussera à la hausse la consommation de ressources minières.

Les efforts fournis pour tenter de résoudre le paradoxe d'une industrie minière durable incluent le développement de règlements et d'outils de gestion, notamment des grilles d'analyse, visant à structurer et à faciliter les démarches de développement durable au sein de l'industrie minière.

Dans la plupart des pays / régions, les activités minières sont soumises à la réglementation de leurs activités. L'industrie minière est la principale source de pollution métallique (directe et indirecte) de l'eau, de l'air, du sol et des écosystèmes qui a un impact direct sur la nature. La législation de plus en plus exige la réduction, le traitement et la compensation des déchets pendant l'exploitation minière.

Concernant les déchets provenant de l'exploitation des minéralisations aurifères, un drainage minier acide ou neutre est à attendre en cause de la présence des sulfures. La problématique des produits et des réactifs chimiques est toujours mise en question tels que le mercure et les cyanures.

La présente étude est menée sur différents échantillons, rejets cyanurés et charbon actif désorbé provenant de la mine aurifère d'Amesmassa à Tamanrasset exploitée par l'ENOR, et les résidus d'affinage de l'or (filtre presse, graphite et rejet d'affinage) provenant de l'AGENOR. Elle permet de cerner la problématique induite par des résidus issus de l'exploitation de l'or.

Notre travail sera partagé en 3 grandes parties ; la première concerne la revue bibliographique, où nous détaillerons toutes les méthodes de traitement du minerai aurifère en mettant en vedette les rejets miniers et leur valorisation aussi bien que les impacts environnementaux de ces déchets. La deuxième partie sera consacrée à la caractérisation physico-chimique, chimique et minéralogique des échantillons, ainsi qu'au mode opératoire suivi durant les essais de dépollution et de valorisation tout en décrivant les sites de l'étude et la provenance des échantillons. Le troisième chapitre comprend la présentation des données et l'interprétation des résultats de toutes les caractérisations. Dans cette partie, on présente également les résultats des essais de dépollution qui sont basés sur la désulfuration par flottation et la décyanuration par plusieurs réactifs, ainsi que les essais de valorisation qui s'appuient sur plusieurs attaques chimiques à différents paramètres : l'agitation, le temps de contact et la température.

La présente recherche explore, pour la première fois l'approche à la désulfuration et la décyanuration des rejets miniers pour des fins environnementales. Les résultats de ces essais de

dépollution et de valorisation doivent être d'une énorme importance pour l'ENOR et pour l'AGENOR également.

La valorisation des rejets miniers porteurs d'or est un sujet d'actualité, puisque le monde de nos jours s'oriente de plus en plus vers un développement durable et les normes sont progressivement strictes sur les déchets miniers.

Chapitre I

Synthèse bibliographique

Introduction

L'or est un métal exceptionnel en raison de ses caractéristiques physico chimiques. Il est bon conducteur, ductile, malléable et est l'un des métaux les moins réactifs. Sa résistance à l'oxydation en est témoin et en fait un métal de prédilection pour la joaillerie et dans la monnaie. D'autres utilisations ont aussi vu le jour avec l'avènement de l'électronique et de l'informatique.

L'exploitation des minerais métalliques en général et les minerais aurifères en particulier dans toutes les phases engendre beaucoup de résidus miniers tels que les déchets de lixiviation, la flottation ; etc. Ce qui conduit à des impacts environnementaux présentant un risque pour l'Homme et la nature.

La plupart des résidus miniers ont de tout temps posé des problèmes de responsabilités à long terme, en plus d'avoir une valeur faible ou nulle sur le plan économique. Mais on peut toujours récupérer les métaux, comme l'or. Les compagnies pourraient réduire leur impact sur l'environnement tout en contribuant à l'écologisation de l'économie.

Dans ce cadre plusieurs études ont été faites sur le traitement des rejets miniers, et beaucoup d'entreprises minières rencontrent des difficultés pour éliminer toutes les substances inutiles de l'exploitation et la valorisation.

1 Minerai aurifère

1.1 Or

L'or est un élément chimique de symbole "Au" (du latin aurum) et de numéro atomique 79. Il s'agit d'un métal précieux très recherché. Ce métal au naturel se présente sous forme de pépites, qui peuvent avoir été réduites en poudre ou en paillettes, par érosion mécanique. L'or pur est un métal noble, le plus malléable et ductile des métaux connus, à la fois dense et tendre. C'est un métal jaune brillant qui ne s'oxyde ni à l'air ni dans l'eau : le fait qu'il préserve son éclat, perçu comme esthétique par toutes les cultures humaines, lui confère l'essentiel de sa valeur (Blazy, 2006).

1.2 Gisement aurifère

Dans la nature, les gisements d'or ont deux origines et ils se rencontrent sous trois formes (Tanelli et al , 1992):

1.2.1 Or primaire

L'or primaire, contenu dans les roches, est issu de l'activité tectonique et volcanique. Il se présente généralement sous forme de filons ou des couches.

- **Filon** : Les gisements filoniens profonds, où l'or est emprisonné dans une roche-mère dure datant de l'ère primaire pouvant affleurer en surface. Les filons sont généralement de minéralogie simple, et se composent habituellement de quartz, avec peu de calcite, et quelques sulfures, tels que la pyrite et l'arsénopyrite. La distribution de l'or dans les filons de quartz est variable et les particules d'or peuvent ne pas toujours être évidentes à l'œil nu. Les filons de quartz sont souvent plus riches en or à une vingtaine de mètres de profondeur plutôt qu'en surface suggérant que l'enrichissement en or s'est fait grâce au lessivage par les eaux de pluie.
- **Couches** : D'autres types de dépôts primaires incluent les dépôts disséminés, dans lesquels l'or est largement dispersé dans la roche hôte et déposé en couches dans les dépôts stratiformes. On trouve également de l'or dans les skarns (roches argileuses métamorphosées par le contact de roches ignées intrusives, par exemple, de granite ou de diorite).

1.2.2 Or secondaire

L'or secondaire est issu de l'érosion des roches contenant l'or primaire suite à leur exposition aux conditions climatiques tropicales sur plusieurs dizaines de millions d'années. Il se présente généralement sous forme de poudre, paillette voire de pépites et se retrouve dans les alluvions, les terrasses fluviales et les éluvions.

- **Eluvion** : C'est de l'or désintégré de sa roche primaire à l'emplacement d'où il est originaire mais qui n'a pas encore été entraîné par le mouvement d'eau. L'or est libéré de sa source de l'or par l'érosion / altération et déplacé par gravité grâce à la pente descendante. Il peut être très proche de la source d'or primaire si la source n'a pas été dispersée.

- **Alluvion** : Les gisements alluvionnaires, c'est-à-dire des dépôts provenant du transport des éluvions par les eaux courantes, présents essentiellement dans les lits vifs ou secs des rivières. Dans ces deux dernières catégories, l'or est dit secondaire ou libre. C'est de l'or déposé par le mouvement de l'eau. Cela n'a rien avoir avec la profondeur où on le trouve.

1.2.3 Placers

Du fait de sa densité, l'or et les minéraux lourds charriés par le courant se déposent et se concentrent sur certains endroits spécifiques appelés placers. La formation des placers est le résultat de processus naturels mécaniques et chimiques : libération, transport, concentration, altération, dissolution et précipitation. Leur taille varie de quelques dizaines de centimètres à plusieurs centaines de kilomètres.

L'origine de l'or de placers est multiple :

- Destruction de filons de quartz à or libre ;
- Erosion de roches contenant des minerais et amas aurifères où l'or peut être visible ou invisible s'il est associé chimiquement à d'autres éléments (pyrites et mispickel aurifère) et donc inclus dans leurs molécules ;
- Décomposition de roches et de terrains sédimentaires de type conglomérats, argiles des terrains adjacents contenant des paléo-placers ;
- Ruissellement sur des placers anciens ou lits fossiles ;
- Remaniement de placers.

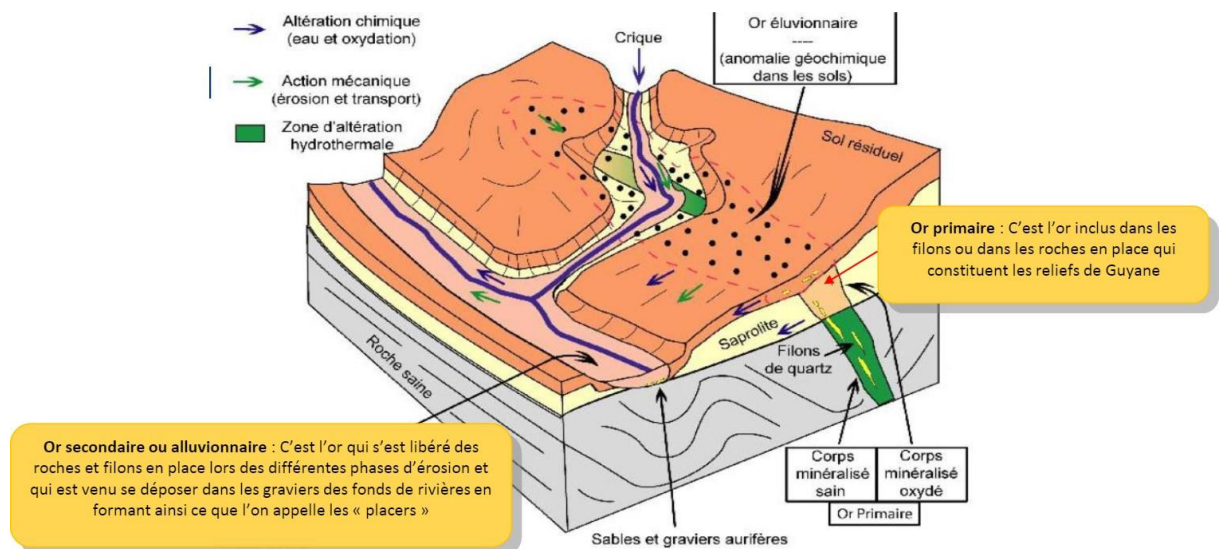


Figure 1 : Les différents types des gisements du minerai d'or (BRGM, 2004)

1.3 Traitement du minerai d'or

1.3.1 Les procédés de traitement gravimétrique

Les procédés de traitement gravimétrique s'appuient sur l'une des propriétés physiques de l'or, à savoir sa densité (densité 19,3). Si l'or libre se présente sous la forme de paillettes ou de grains (cas des gisements alluvionnaires), il n'y a pas besoin de préparation mécanique préalable, le traitement gravimétrique s'applique alors directement. Mais dans le cas de gisements primaires se composant de roches dures et compactes, il faudra faire subir au minerai une préparation mécanique (la comminution), laquelle est destinée à libérer l'or contenu dans la roche.

Tableau 1 : Les matériels de traitement qui s'appuient sur les principes de fonctionnement gravimétrique

| Matériels de traitement | Principes de fonctionnement |
|--------------------------|---|
| Sluice, cône, spirale | Saltation = mode de transport de particules dans un courant |
| Jig | Accélération différentielle pulsion/suction |
| Table à secousses | Accélération différentielle et couches |
| Concentrateur centrifuge | Effet centrifuge, accélération radiale |



Figure 2 : Matériels de traitement qui s'appuient sur les principes de fonctionnement gravimétrique

1.3.2 Flottation

La flottation est une technique de séparation fondée sur les différences d'hydrophobicité que présentent les surfaces des particules à séparer. C'est un procédé de séparation d'un mélange de corps finement broyés ; il utilise la propriété qu'ont certaines substances de fixer en milieu aqueux des bulles d'air, ce qui leur permet d'afficher une densité artificiellement réduite. Les minéraux hydrophobes s'accrochent spontanément aux bulles d'air contenues dans un bain liquide et ont de ce fait tendance à remonter à la surface ; les minéraux hydrophiles tombent au contraire au fond du bain. La flottation utilise cette propriété en injectant plusieurs réactifs chimiques (collecteurs, déprimants, activants, moussants). La séparation de la gangue et des minéraux utiles est réalisée dans des cellules de flottation.

La flottation est utilisée industriellement pour concentrer les minerais de nombreuses substances minérales, qu'elles soient ou non métalliques, en particulier les minerais sulfurés qui peuvent contenir de l'or. Cette technique permet de concentrer les teneurs initiales (on passe de quelques g/t à quelques milliers de g/t). Mais le concentré obtenu doit encore subir un traitement (Matheus, 2018)



Figure 3 : Cellule de flottation d'or (Fu et al)

1.3.3 Amalgamation

L'amalgamation est une technique ancienne, basée sur la propriété de l'or de former avec le mercure des amalgames décomposables à la chaleur. A la suite d'un long broyage en voie humide, le concentré (gravimétrique en général) est malaxé en présence de mercure. Les amalgames se forment et sont ensuite séparés de la pulpe par passage dans un piégé hydraulique, puis lavés. Une fois le mercure évaporé par distillation, le produit final est composé d'un concentré d'or (et d'argent extrait simultanément, car présentent les mêmes propriétés que l'or à amalgamer le mercure) (Camilleri, 2009).

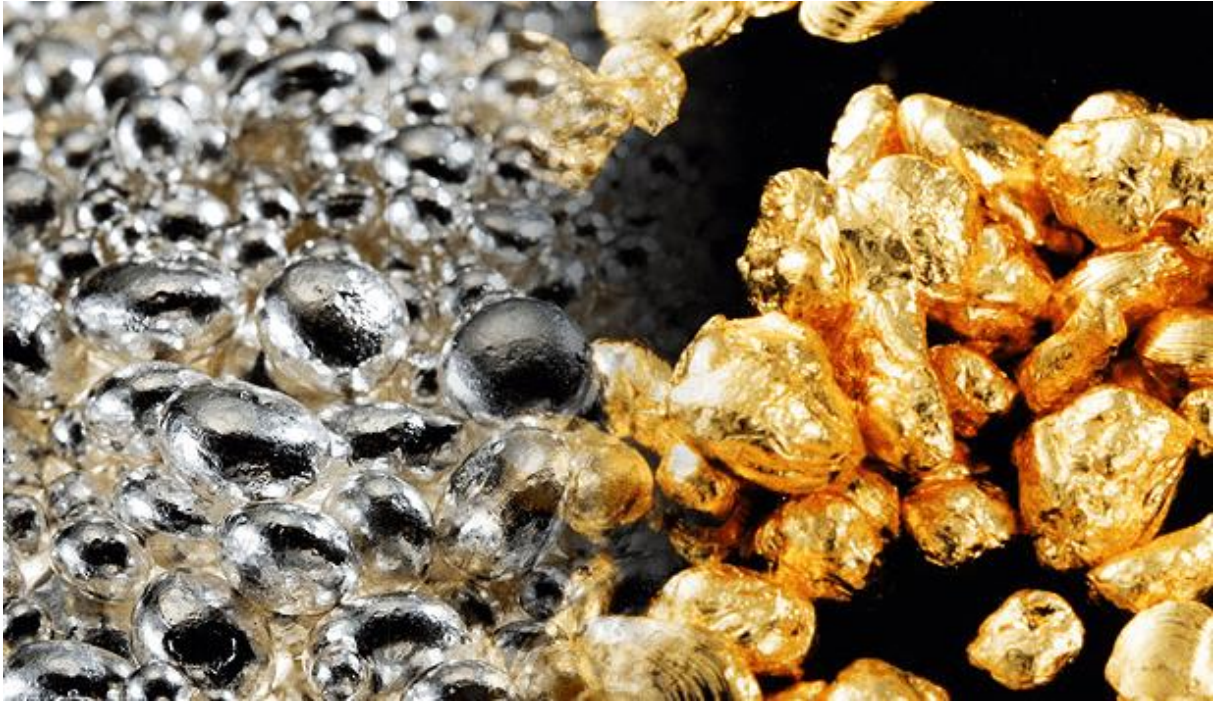
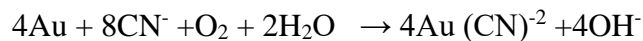


Figure 4 : Amalgames d'or et de mercure

1.3.4 Lixiviation

Elle consiste à dissoudre le maximum d'éléments valorisables en entraînant le minimum d'éléments gênants. La lixiviation consiste à mettre en solution, sous forme ionique, le ou les métaux recherchés (ex: l'or).



Le but est de déterminer le type de lixiviat optimal en termes de consommation et de coût de réactif, la solubilisation minimale d'impuretés et d'entretien du matériel. La lixiviation peut être réalisée de quatre manières différentes en fonction de critères tels que les conditions opératoires ou encore les coûts d'investissement.

- **Lixiviation in situ**

Cette technique est essentiellement employée pour le traitement des minerais à très basse teneur. Elle s'applique directement au minerai en place sans opération d'extraction ou de transport. Pour cela, il est nécessaire que le minerai soit très fragmenté pour assurer une surface de contact importante et qu'il soit isolé du réseau hydrographique pour empêcher toute contamination de ce dernier. Elle consiste en un arrosage à l'eau en présence d'air ; il se produit alors une oxydation de la pyrite (FeS_2) qui forme du sulfate ferrique qui oxyde le minerai en question. Ces réactions sont très lentes (plusieurs mois, voire plusieurs années) ; la solution est ensuite pompée en fond de mine (Vieira, 2006).

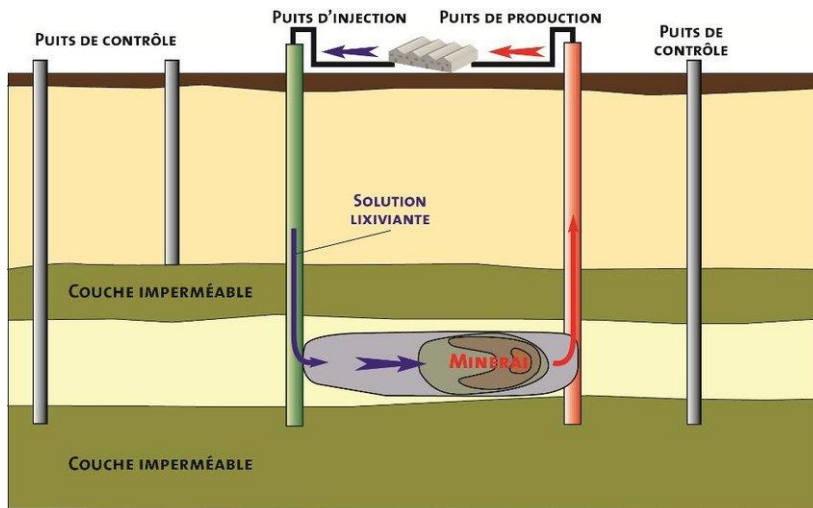


Figure 5 : Technique de traitement par lixiviation in-situ (Poulard et al, 2017)

- **Lixiviation en tas**

Le principe est le même que celui de la lixiviation in situ mais, cette fois, le minerai est extrait, concassé et mis en tas sur un sol étanche muni d'un système de collecte des eaux d'infiltration. Cette opération peut être réalisée sur une aire naturelle si le milieu s'y prête ou sur une aire recouverte d'un revêtement étanche. La durée de la lixiviation est très longue (plusieurs mois) et variable selon la nature du minerai ; les degrés d'extraction varient entre 50 et 90 %. Après épuisement du minerai, ce dernier est abandonné en l'état. C'est les rejets de lixiviation. Le minerai peut aussi être mis dans des alvéoles dont le fond joue le rôle de filtre. La solution de lixiviation est introduite au sommet, percole à travers le minerai et est clarifiée par le filtre. Elle peut ainsi être recyclée directement afin qu'elle s'enrichisse. La durée de lixiviation varie, dans ce cas, de quelques jours à deux semaines ; cette technique s'applique généralement à des minerais plus riches que ceux concernés par la technique précédente (Vieira, 2006).

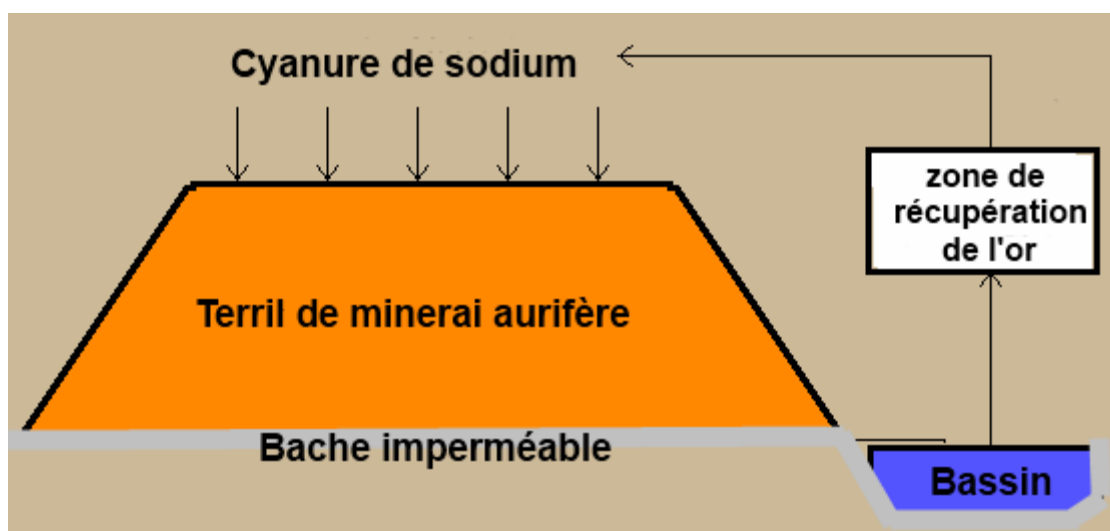


Figure 6 : Technique de traitement par lixiviation en tas (Aurum, 2011)

- **Lixiviation en réacteur agité**

Cette technique est la plus employée pour le traitement des minerais aurifères plus ou moins riches. Elle peut être réalisée en continu ou en discontinu, un contre-courant à plusieurs étages. Le solide, sous forme pulvérulente, est mis en suspension dans la solution de lixiviation. La densité de pulpe est fonction du solide traité, du type de solution employé et de l'agitation (cette dernière permet d'accélérer les phénomènes de transfert et de diminuer le temps de séjour) (Vieira, 2006).

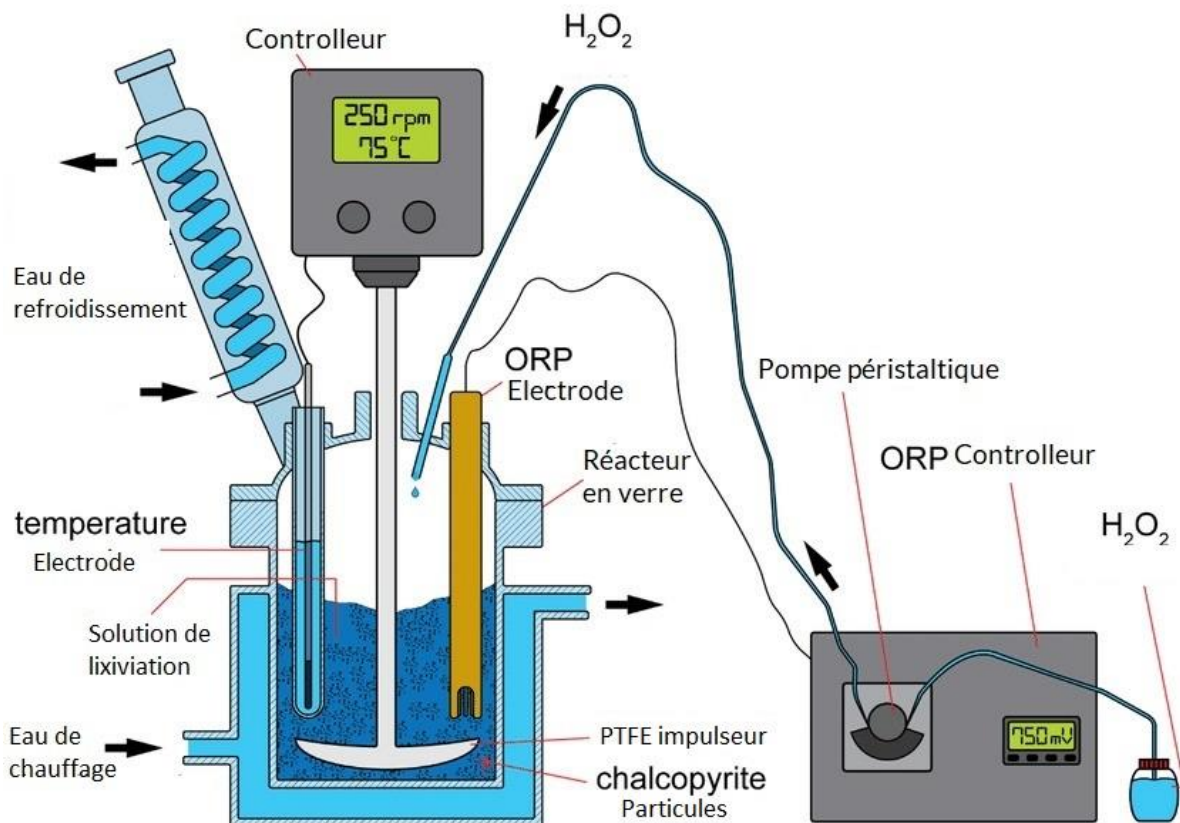


Figure 7 : Techniques de traitement par lixiviation en réacteur agité (Kartal et al, 2019)

- **Lixiviation en autoclave**

Cette technique est aussi couramment employée ; elle permet de travailler à une température d'ébullition supérieure à celle obtenue à pression atmosphérique, ce qui a pour effet d'améliorer la cinétique, les phénomènes de transfert ainsi que la filtrabilité du résidu. Les autoclaves doivent pouvoir résister aux conditions de température et de pression qui peuvent atteindre plus de 200 °C et plusieurs méga-pascals. Leur conception en acier inoxydable, en titane ou en alliages spéciaux leur permet de résister à la corrosion (Vieira, 2006).

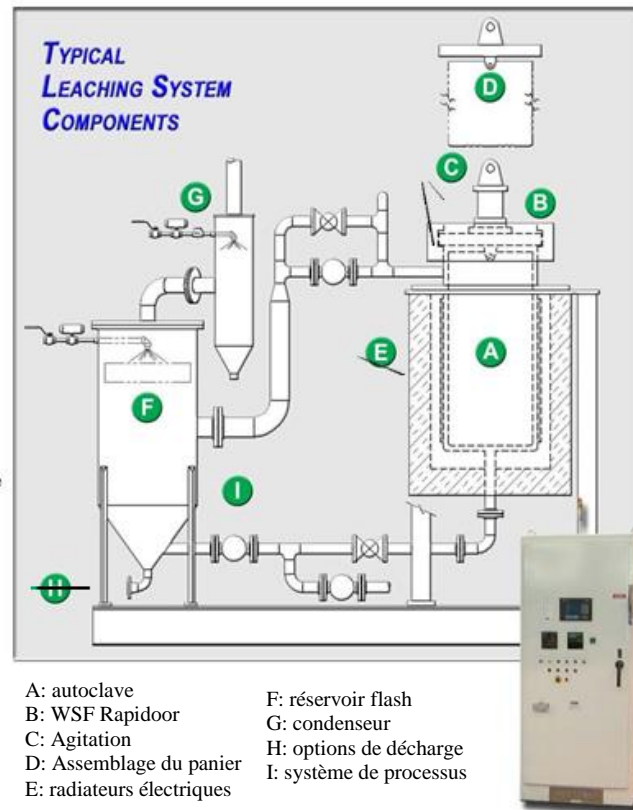


Figure 8 : Techniques de traitement par lixiviation en autoclave (WSF Industries, 2009)

1.3.5 Bio minéralurgie (biolixiviation)

La biolixiviation (appelée aussi lixiviation biologique ou lixiviation bactérienne) est une technique d'extraction de métaux d'intérêts économiques d'une roche, mettant en jeu des micro-organismes capables de convertir ces métaux de la forme solide à la forme soluble, qui pourront ensuite être extraits. Le « procédé Bioox » utilise l'action bactérienne pour libérer l'or. Il fait intervenir trois bactéries chimiolithotrophes : *Thiobacillus ferrooxydans*, *Thiobacillus thiooxydans* et *Leptospirillum-ferroxydans*. Ces bactéries attaquent les minerais sulfurés et arsénosulfurés dans des réacteurs agités, à un pH de 1,2 à 1,6, et à une température de 40° à 45°. Le temps de séjour varie de 4 à 6 jours. L'or est extrait ensuite par cyanuration. (Sylla, 2014).

Tableau 2 Exemples d'opérations commerciales BIOX (Rawlings, 2007)

| Mine | Pays | Capacité de traitement concentrée | Taille de réacteur (m ³) | Date de commission |
|-----------|---------------|-----------------------------------|--------------------------------------|--------------------|
| Fairview | Sud d'Afrique | 62 | 340 | 1986 |
| Fostville | Australie | 211 | 900 | 2005 |

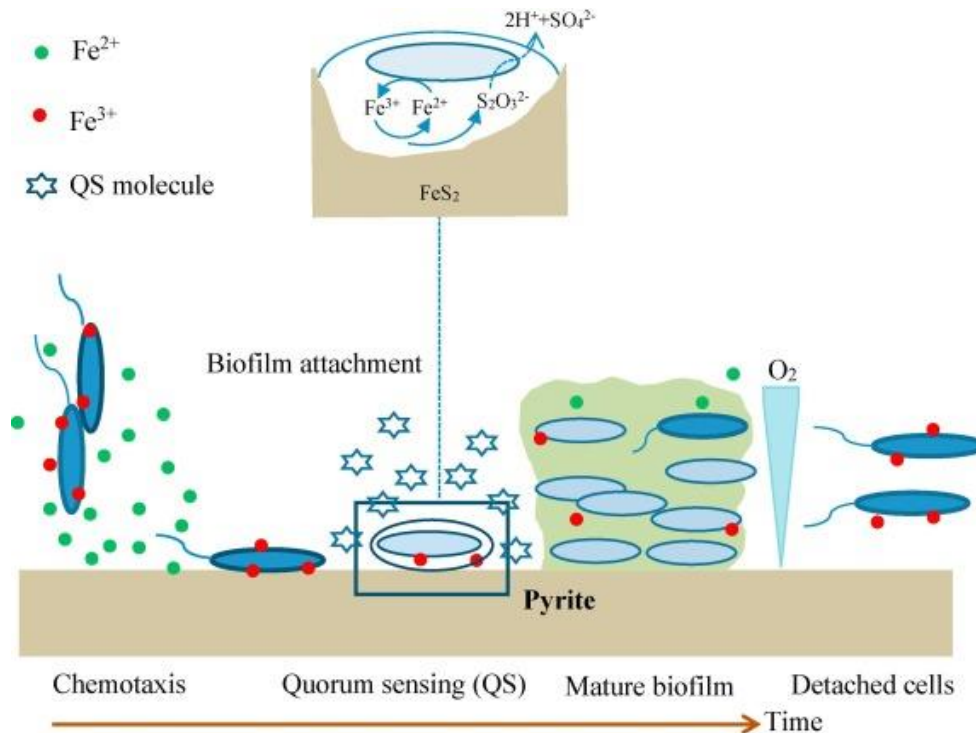


Figure 9 : Techniques de traitement par biolixiviation (Tingyue Gu et al, 2018)

1.3.6 Affinage

L'affinage de l'or est une étape importante d'obtenir l'or avec la plus grande pureté pratique de toutes sortes de sources.

- **Lavage de charbon :** L'opération commence par un préchauffage électrique d'une eau circulante par suite l'ajout de l'acide chlorhydrique. Le charbon chargé, ainsi lavé se précipite par gravité vers la colonne d'élution pour une désorption de l'or par l'opération d'élution.
- **Elution :** L'or adsorbé sur le charbon actif est récupéré par élution, généralement à l'aide d'une solution aqueuse de cyanure chaude et caustique. On ajoute une solution d'acide chlorhydrique HCl qui monte d'en bas et qui passe à travers les filtres qui retiennent le charbon pour éliminer les impuretés.
- **Régénération du charbon :** Après l'élution, le charbon doit être régénérer parce que la surface d'adsorption est réduite par la contamination des matières organiques telles que les huiles ou les déchets végétaux décomposés, ce qui influe négativement sur l'adsorption de l'or ; ensuite ce charbon va être renvoyer dans le circuit d'adsorption où l'or est récupéré de l'éluât soit par cémentation sur zinc, soit par électro-récupération.
- **Electrolyse :** L'électrolyse est la dernière étape du processus d'extraction de l'or. La solution aurifère passe dans une cellule d'électrolyse qui opère généralement sous une tension et avec un courant continu. Elle contient des cathodes, des anodes et des lames métalliques en alliage. Les cations Au^{+} sont attirés par les cathodes où ils vont capter les électrons (e^{-}) donnant ainsi le métal d'or Au. On

recupère les cathodes chargées d'or et on les lave avec un jet d'eau à haute pression. La solution enrichie en or passe ensuite à travers un filtre presse pour obtenir un concentré humide d'or appelé : bourbe de l'or.

- **Calcination** : Après la récupération de la bourbe d'or, on lui effectue un séchage (calcination) dans un four.
- **Fusion** : Après la calcination, un mélange de fondants (Borax, silice et carbonates de sodium) est ajouté afin d'abaisser la température de fusion. Le mélange sera ensuite introduit dans un four. La fonte obtenue sera versée dans des moules en acier. La densité de l'or lui permet de précipiter en bas et les impuretés en haut. On obtient le lingot dans le premier moule et les scories (impuretés) dans le reste des moules. Ces scories sont parfois recyclées (Bounouala, 2009).

2 Rejets miniers

Les rejets miniers sont toutes les substances inutiles qui représentent les déchets issus de l'exploitation minière dans toutes ses phases.

2.1 Types de rejets miniers

2.1.1 Stériles des travaux de découverte

Ce sont les sols morts du processus de décapage pour une mise d'exploitation à ciel ouvert, les stériles extraits lors du creusage des différentes galeries dans le cas d'une mine souterraine. Généralement ces résidus contiennent des teneurs en métaux (et éléments accompagnateurs) faibles.

2.1.2 Résidus d'exploitation

L'exploitation qui consiste dans sa définition générale la séparation du minerai utile (qui a une valeur économique) et du minerai pauvre ; ce dernier est stocké sur place dans l'attente d'un traitement éventuel.

2.1.3 Résidus de traitement

La valorisation du minerai utile consiste à effectuer plusieurs opérations de traitement (flottation, cyanuration, grillage, séparations gravimétriques et magnétiques). Ces opérations produisent une quantité importante des résidus et des boues qui contiennent une teneur significative des éléments accompagnateurs ou en minéraux secondaires et leurs produits d'oxydation. Ils peuvent également contenir des concentrations résiduelles des réactifs chimiques utilisés pour la valorisation.

2.1.4 Autres types de résidus

Parfois, nous sommes amenés à faire un pré traitement du minerai en question en appliquant des méthodes pyro-métallurgiques, un tas de scories qui se forment pourrait être considéré comme un cas particulier des rejets.

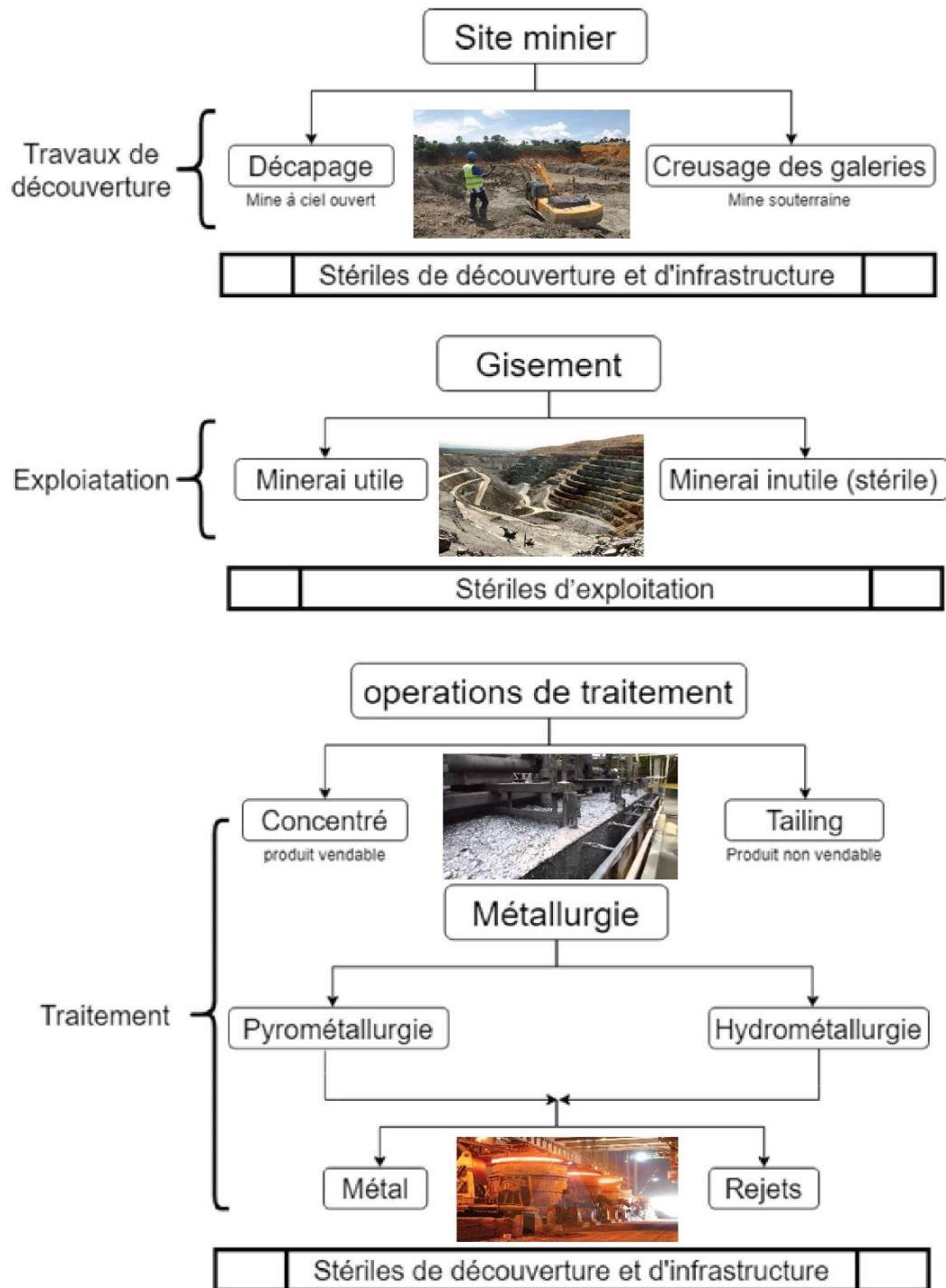


Figure 10 : Etapes d'exploitation d'un gisement et les rejets miniers respectifs

2.2 Valorisation des rejets miniers

Pour développer des stratégies de gestion des rejets miniers plus respectueuses de l'environnement et des communautés locales, l'industrie doit prendre en compte plusieurs variables. Ces stratégies ne doivent cependant pas devenir un gouffre financier pour les entreprises. Celles-ci ne peuvent échapper aux impératifs économiques.

2.2.1 Les remblais miniers souterrains

Ils sont utilisés afin d'optimiser l'exploitation du gisement, Ils servent aussi de pilier secondaire afin de consolider la structure de la mine.

L'utilisation des remblais souterrains permet d'envoyer sous terre jusqu'à 60% des résidus de concentrateur, en effet il existe trois catégories générales de remblais souterrains :

- **Remblais Miniers Cimentés en Pâte : RMCP**

Le remblai est produit par la fabrication d'une pâte contenant des résidus de concentrateur, de l'eau de procédé et un liant. Les résidus sont tout d'abord épaissis et filtrés pour former un gâteau de densité variant entre 80 et 85 % de solides. Le liant qui est ajouté au gâteau représente une proportion de 3 à 7 % du remblai et est souvent composé de ciment issu des cimenteries, mais d'autres types de mélanges peuvent aussi être utilisés.

- **Remblais Miniers Hydrauliques : RMH**

Ils sont un remblai contenant entre 60 et 73 % de solides. Il est composé d'eau et de résidus de concentrateur et peut parfois être cimenté, ce qui requiert l'ajout d'un liant.

- **Remblais Miniers Rocheux : RMR**

Il se distingue des remblais hydrauliques et de la plupart des RMCP par l'utilisation des stériles miniers dans la composition du remblai plutôt que par les résidus de concentrateur. Il s'agit d'un remblai sec ne nécessitant aucun ajout d'eau.

2.2.2 Les amendements alcalins cimentaires

Afin de mieux contrôler le drainage minier acide dans les dépôts en pâte de surface, l'utilisation de coproduits ou de résidus d'autres industries peut être une solution intéressante.

2.2.3 L'utilisation des rejets miniers comme matériaux de construction

Les rejets miniers sont fréquemment utilisés comme matériaux de construction pour l'aménagement de routes et de digues autour des parcs de résidus. Des rejets peuvent être utilisés comme base pour les ballasts de chemin de fer, comme agrégat dans la composition du ciment Portland ou d'asphalte et comme matériaux d'ennoisement (Charbonneau, 2014)

2.2.4 Réduction du volume d'accumulation

Plusieurs millions de tonnes de résidus de concentration et de stériles miniers qui sont produits annuellement et qui sont entreposés sur des aires d'accumulation. Ces lieux d'entreposage présentent une grande superficie. La production de ces rejets est cependant inévitable : elle est une conséquence de la production minière et une partie importante intégrante des processus d'extraction et de traitement du minerai. Il faut ainsi trouver des méthodes de

gestion qui permettent de réduire la superficie des aires d'entreposage sans compromettre la production minière.

2.2.5 Élimination des réactifs toxiques

Le changement dans l'alcalinité, transforme les cyanures en acide cyanhydrique, qui est un composé très toxique et volatil. Un procédé d'élimination qui peut être utilisé est le SO_2 air qui nécessite l'ajout de dioxyde de soufre, d'oxygène et d'ions de cuivre et qui permet un traitement rapide. L'utilisation du peroxyde d'hydrogène peut aussi éliminer les cyanures en les transformant en cyanates. Bien que problématique pour l'environnement, l'élimination du cyanure suite aux traitements du minerai est relativement bien établie et efficace au sein de l'industrie et ne pose généralement pas des problèmes techniques. Les cyanures peuvent être détruits en utilisant différents types d'agents oxydants tels que l'hypochlorite, le chlore, l'ozone, les peroxydes et les peroxydes avec radiation UV. L'oxydation électrochimique ou l'oxydation avec de l'air (moyenne et haute pression) sont d'autres techniques envisageables. Des températures élevées détruisent également les cyanures dans les déchets solides. (Charbonneau, 2014)

2.2.6 Élimination des sulfures

Peu de sulfures (pyrite) dans un rejet peuvent le rendre totalement générateur d'acide donc il faut les enlever et les gérer séparément, le reste (la majorité) des rejets sont généralement inoffensifs. La désulfuration environnementale offre cette possibilité en retirant les minéraux qui présentent une source du danger. Ces minéraux pourront être enfouis en profondeur comme remblais pour les cavités minières souterraines ou réutilisés dans le domaine chimique. Une autre façon de limiter les impacts environnementaux du DMA produit par les rejets miniers consiste à contrôler la production du DMA par la prévention ou par la désulfuration par des procédés physiques ou physico-chimiques, de traitement minéralurgique (Plante, 2011)

2.2.7 Traitement biologique

La phytoremédiation est la dépollution des sols, l'épuration des eaux usées ou l'assainissement de l'air intérieur, utilisant des plantes vasculaires, des algues (phycoremédiation) ou des champignons (mycoremédiation), et par extension des écosystèmes qui supportent ces végétaux. Puisque le procédé de phytoremédiation sera utilisé pour traiter des eaux contaminées aux métaux, les plantes ne pourront être semées sur place, car le processus sera beaucoup trop long. Elles devront être cultivées sur un autre site, et par la suite, transplantées dans la zone d'épanchement (d'écoulement). Il est préférable que des plantes terrestres soient utilisées puisque leur système racinaire est beaucoup plus efficace que ceux des plantes aquatiques. En conséquence de quoi, le débit de l'effluent qui va s'écouler dans cette zone devra être très faible, afin de ne pas complètement submerger ces plantes (Robert, 2004).

2.2.8 Récupération des éléments utiles

Les rejets miniers issus du traitement des minerais depuis plusieurs centaines d'années sont essentiellement gérés pour leurs impacts potentiels sur l'environnement. Toutefois, certains de ces résidus miniers restent riches en métaux et représentent une ressource secondaire d'avenir pour l'approvisionnement de certains métaux. La prise en compte de la dimension des rejets va dans le sens d'une gestion intégrée et optimisée qu'il convient d'étudier au cas par cas.

3 Les impacts environnementaux

Les résidus miniers sont considérés comme des polluants avec un impact nuisible pour la nature et l'environnement en général (La faune & la flore). Suite à une activité minière, Les paramètres environnementaux subissent un changement (La composition chimiques des eaux, des sols, la biodiversité), et pour déterminer le degré d'impact, il nous faut une comparaison de ces mesures à la gamme de valeurs dite « naturelles » ou « normales ». Parmi les paramètres à mesurer on cite : le pH ; la concentration d'un élément métallique ; la quantité de matière en suspension ; etc.

Donc, les études d'impacts environnementaux d'une exploitation minière auraient besoin d'une connaissance au préalable de l'environnement naturel du site avant son exploitation.

Tableau 3 : Les différents types des rejets miniers et leurs impacts environnementaux respectifs

| Résidus miniers | Impacts environnementaux |
|----------------------------------|---|
| Stériles d'exploitation | Les déchets dont il faut débarrasser est énorme |
| Les travaux miniers (Creusement) | Ouvrent des voies pour la circulation des eaux, en les mettant en contact avec des éléments potentiellement polluants |
| Résidus de traitement | La libération des métaux lourds dans la nature (zinc, plomb, cadmium...) |

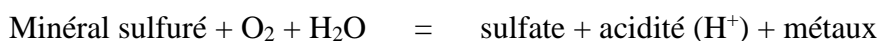
3.1 Grandes quantités de rejets produits

Presque tous les projets miniers de métaux, et en particulier d'or, génèrent et déplacent d'immenses volumes de terre, de roches et de résidus miniers. Le stockage de ces rejets à un effet direct sur les écosystèmes locaux en raison de la perte de communautés végétales et animales établies à l'endroit exploité. Ceci constitue à la fois un impact esthétique et écologique.

La faible teneur des gisements de métaux explique, en grande partie, les quantités importantes de rejets miniers produits. La teneur de l'or et la plus faible de toute l'industrie extractive. À cette quantité s'ajoute les roches qui entourent le gisement et qui doivent être excavées pour se rendre au minerai. Donc, la méthode d'extraction choisie a une influence directe sur la quantité des rejets produits. Les mines à ciel ouvert peuvent générer de 2 à 10 fois plus de rejets que les mines souterraines.

3.2 Le drainage minier acide

Le DMA résulte d'une réaction chimique entre l'oxygène, l'eau et les minéraux sulfureux selon l'équation suivante :



Une fois exposés à l'air et à l'eau, les minéraux sulfureux s'oxydent et produisent un lixiviat acide qui, à son tour, favorise la dissolution de métaux lourds ; des lixiviats acides et chargés de métaux lourds peuvent être toxiques pour les écosystèmes dans lesquels ils se déversent. Non seulement la diminution du pH peut entraîner la dissolution des métaux présents dans les rejets miniers (Cu, Fe, Zn, etc.), mais elle peut aussi entraîner la dissolution des métaux présents

dans les sédiments des ruisseaux, des rivières et des lacs, augmentant ainsi la toxicité du milieu où le phénomène se produit. Une fois enclenché, le DMA est très difficile à arrêter.

3.3 Autres enjeux d'importance

3.3.1 Les risques de contamination aux cyanures

Des dommages environnementaux considérables peuvent être occasionnés si, par exemple, le cyanure se retrouve dans les écosystèmes environnants suite à un déversement accidentel ou, encore, suite à une fuite ou à un bris des bassins de rétention.

3.3.2 La grande quantité d'eau nécessaire au traitement de l'or

Celle-ci peut varier de 4 000 litres à 22 000 litres par tonne d'or produite.

3.3.3 Le risque des sites miniers abandonnés

Plusieurs sites miniers sont abandonnés sont qu'ils soient correctement fermés. Alors, ils ne sont plus surveillés et contrôlés en comparant aux autres sites en activité.

3.3.4 Les émissions de gaz à effet de serre issues de l'industrie des métaux

Comme toutes les industries, l'industrie des métaux émet aussi des millions de tonnes de dioxyde de carbone (CO₂) qui est l'une des causes majeures de la pollution de l'air.

3.3.5 Les risques posés à la santé humaine

Les risques associés au travail minier demeurent élevés, dont on cite : les maladies pulmonaires (Silicose), des cancers, et plusieurs accidents de travail graves.

3.4 Exemple dans l'industrie minière

Une étude a été réalisée dans le cadre des projets de Service public du BRGM 2009 et 2010 dans le cadre des conventions n° 0006504 action 5 et n° SU0007431action7 relatives à des investigations en matière d'environnement fiche SP n° SP09POLA09 et n° SP10EPI010, menée sur quatre mines d'or sélectionnées en Guyane, Espérance (commune d'Apatou), Dieu Merci et Saint-Élie (commune de Saint-Élie) et Yaou (commune de Maripasoula), permet de cerner la problématique induite par la gestion des résidus issus de l'exploitation de l'or. (BRGM, 2012)

Les résultats de l'étude issus de différents prélèvements sont rassemblés dans les tableaux suivants :

Tableau 4 : Compositions totales et concentrations des lixiviats des échantillons prélevés à « Esperance »

| | As (Arsenic) | Cd (Cadmium) | Co (Cobalt) | Cr (Chrome) | Cu (Cuivre) | Hg (Mercure) | Ni (Nickel) | Pb (Plomb) | Zn (Zinc) | Conductivité à 25°C | pH |
|--------------|-----------------|---------------------|----------------|----------------|----------------|-----------------|----------------|---------------|-----------|------------------------|------|
| Valeur seuil | 10 | 3 | --- | 50 | 2000 | 1 | 20 | 10 | 5000 | 1100 | 9 |
| Unité | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µS/cm | U |
| ESP R2ab | < LQ | < LQ | 0,13 | < LQ | 0,97 | < LQ | 1,36 | < LQ | 6,56 | 7 | 5,66 |
| ESP R3ab | < LQ | < LQ | 7,51 | 0,44 | 3,2 | < LQ | 17,4 | 0,14 | 18,6 | 17 | 5,54 |
| ESP R4 | < LQ | < LQ | 0,72 | 0,79 | 1,31 | < LQ | 4,49 | < LQ | 7,29 | 11 | 5 |
| ESP S1abc | < LQ | < LQ | 0,1 | 0,65 | 1,58 | < LQ | 0,72 | 0,1 | 8,2 | 9 | 5,83 |
| ESP S2 | < LQ | < LQ | 0,17 | < LQ | 2,03 | < LQ | 0,25 | < LQ | 18,7 | 8 | 6,59 |
| ESP S3 | 0,16 | 0,15 | 19,2 | 0,25 | 79,4 | < LQ | 58,3 | 0,27 | 105 | 150 | 4,97 |
| ESP S4 | < LQ | 0,27 | 9,8 | < LQ | 3,59 | < LQ | 29,1 | < LQ | 28,9 | 196 | 4,42 |

Tableau 5 : Compositions totales et concentrations des lixiviats des échantillons prélevés à « Dieu Merci »

| | As | Cd | Co | Cr | Cu | Hg | Ni | Pb | Zn | Conductivité à 25°C | pH |
|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|---------------------|------|
| Valeur seuil | 10 | 3 | --- | 50 | 2000 | 1 | 20 | 10 | 5000 | 1100 | 9 |
| Unité | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µS/cm | U |
| DIEU R1abc | < LQ | < LQ | 0,36 | 0,71 | 2,71 | < LQ | 1,77 | < LQ | 19,1 | 13 | 6,48 |
| DIEU R2abc | < LQ | < LQ | 0,26 | < LQ | 1,71 | < LQ | 0,57 | < LQ | 9,09 | 7 | 5,75 |
| DIEU R3ab | < LQ | < LQ | 0,43 | 0,21 | 2,52 | < LQ | 0,74 | < LQ | 15,6 | 11 | 5,94 |
| DIEU R4 | < LQ | < LQ | 0,24 | 0,12 | 3,33 | < LQ | 0,86 | 0,13 | 13,7 | 11 | 5,72 |
| DIEU S1abc | < LQ | < LQ | < LQ | < LQ | 4,14 | < LQ | 0,19 | 0,31 | 22,3 | 11 | 5,49 |
| DIEU S2abc | < LQ | < LQ | 0,11 | < LQ | 4,23 | < LQ | 0,13 | 0,12 | 16,7 | 9 | 5,55 |

Tableau 6 : Compositions totales et concentrations des lixiviats des échantillons prélevés à « Saint-Elie »

| | As | Cd | Co | Cr | Cu | Hg | Ni | Pb | Zn | Conductivité à 25°C | pH |
|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|---------------------|------|
| Valeur seuil | 10 | 3 | --- | 50 | 2000 | 1 | 20 | 10 | 5000 | 1100 | 9 |
| Unité | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µS/cm | U |
| SELI R2a | < LQ | < LQ | 0,72 | < LQ | 1,38 | < LQ | 3,64 | 2,8 | 5,81 | 12 | 6,34 |
| SELI R2b | < LQ | < LQ | 0,11 | 0,17 | 4,35 | < LQ | 1,67 | 0,49 | 23 | 14 | 6,59 |
| SELI S1abc | < LQ | < LQ | < LQ | 9,54 | 3,16 | < LQ | 1,05 | 0,2 | 10,1 | 10 | 6,25 |
| SELI S2abc | < LQ | < LQ | < LQ | 0,35 | 3,55 | < LQ | 0,3 | 0,17 | 12,1 | 9 | 6,24 |

Tableau 7 : Compositions totales et concentrations des lixiviats des échantillons prélevés à « Yaou »

| | As | Cd | Co | Cr | Cu | Hg | Ni | Pb | Zn | Conductivité à 25°C | pH |
|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|---------------------|------|
| Valeur seuil | 10 | 3 | --- | 50 | 2000 | 1 | 20 | 10 | 5000 | 1100 | 9 |
| Unité | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µg/L | µS/cm | U |
| YAOU R2abc | < LQ | < LQ | 4,38 | 0,27 | 2,59 | < LQ | 3,41 | < LQ | 18,8 | 9 | 5,62 |
| YAOU R3 | < LQ | < LQ | 1,86 | 1,78 | 2,22 | < LQ | 9,12 | < LQ | 42,1 | 8 | 6,05 |
| YAOU S1abc | < LQ | < LQ | 1,61 | 0,37 | 2,8 | < LQ | 3,05 | < LQ | 67,8 | 10 | 5,34 |
| YAOU S2abc | < LQ | < LQ | 0,11 | 1,16 | 1,7 | < LQ | 1,42 | < LQ | 9,8 | 9 | 5,91 |

Pour les 4 mines de Guyane, les résultats de l'étude ont montré que les résidus d'exploitations sont des déchets non dangereux et non inertes mais le DMA probable en exploitation dans la roche mère est considéré comme déchet dangereux qui nécessite un suivi lors de l'exploitation de la roche mère contenant des sulfures. A la fin de l'étude, on pourrait recommander d'éviter les merlons en hauteur, préférer un stockage plutôt horizontal ou en bassin en limitant les digues (hauteur, longueur) par une configuration favorable, prévoir une végétalisation et prévenir tout DMA en limitant l'exposition des roches contenant des sulfures.

Conclusion

Comme toute l'industrie métallique, le processus de l'extraction de l'or engendre beaucoup de déchets, ces derniers sont dans l'obligation d'être traité et valorisé, dans le but de préserver l'environnement et la nature et aussi d'atteindre une rentabilité maximale du projet.

Des études préalables et des suivis constamment vérifiés sont inévitables dans toutes les industries minières afin de mieux contrôler le traitement des résidus miniers.

Les possibilités de gestion des résidus et des stériles miniers de minerais d'or sont nombreuses. Toutefois, le choix de la méthode de gestion à appliquer dépend d'une évaluation de trois facteurs à savoir : le coût, les performances environnementales et les risques d'accidents. Une bonne gestion des résidus et stériles comporte une évaluation des différentes solutions entre autres pour limiter le plus possible le volume des résidus et des stériles produits au départ, notamment par un choix judicieux de la méthode d'exploitation.

Chapitre II

Matériels et méthodes

Introduction

Il est indispensable pour effectuer une étude sur un matériau de le caractériser, c'est-à-dire d'en analyser les propriétés. Il existe de nombreuses techniques de caractérisation des matériaux qui reposent sur différents principes physiques de base.

Les analyses physico-chimiques et minéralogiques permettent l'analyse des matériaux et de leurs caractéristiques afin de confirmer leurs compositions. En fonction des problématiques rencontrés, des techniques d'analyse peuvent être mise en œuvre : la DRX, Raman, XRF, SAA ; etc. Ces différentes techniques permettent d'obtenir les caractéristiques de tout type de matières.

La dépollution des résidus miniers consiste principalement à rendre les rejets en des substances non toxiques et non nuisibles pour l'Homme et la nature. Pour cela plusieurs méthodes sont appliquées telles que la désulfuration et la décyanuration.

Pour une meilleure rentabilité économique de l'exploitation de l'or qui est considéré comme un métal noble et de grande valeur, le cycle de traitement doit être vérifié systématiquement par le contrôle de la concentration d'or dans les rejets.

1 Sites d'études

1.1 ENOR

1.1.1 Présentation de l'entreprise

Entreprise d'exploitation des mines d'or (ENOR), est une entreprise chargée de l'exploitation du minerai d'or en Algérie créée le 22 avril 1992 et qui fait partie du groupe MANAL (Manadjim Aldjazair). Actuellement la seule mine en fonction est la mine d'Amesmassa.

Le lancement du projet d'exploitation de la mine de Tirek en 1998 a permis à l'ENOR de réaliser la première production d'or en Algérie avec le démarrage de l'usine de traitement au mois de juillet 2001. (ANPM).

ENOR est aujourd'hui détentrice d'une autorisation d'exploitation sur une superficie de 1400 km², comprenant les gisements d'Amesmassa et de Tirek, ainsi que les indices situés entre ces deux gisements. (ORGM, 1991)

1.1.2 Localisation géographique

Le gisement aurifère d'Amesmassa est situé dans le SW du Hoggar (Sahara Algérien), les coordonnées géographiques sont de 2°29 de longitude Est et 20°59 d'attitude Nord.



Figure 11 : Carte de localisation géographique de la mine d'Amesmassa

1.1.3 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 est localisé 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 deux zones structuro-formationnelles parmi les plus importantes du Hoggar occidental (Amesmassa Gold Project, 2005).

1.1.4 Minéralogie des minerais

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 (POZDNIAKOV, 1993)

1.1.5 Minéralisation du gisement

Le gisement d'Amesmassa appartient à la formation quartzo-aurifère à paragenèse (pyrite-galène-blende). 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 (POZDNIAKOV, 1993).

1.1.6 Traitement du minerai d'Amesmassa

Le processus du traitement vise à récupérer la quasi-totalité d'or contenue dans le minerai, il se fait suivant deux procédés dépendant de la teneur économique du minerai qui sont :

- **Lixiviation en tas** : minerais pauvres la teneur en or est inférieure à 4 g/t. (voir chapitre I : 1.3.4 Lixiviation)
- **Lixiviation en cuve** : minerais riches la teneur est supérieure à 4 g/t. (voir chapitre I : 1.3.4 Lixiviation)

Les deux procédés ci-dessus nécessitent une préparation mécanique du minerai afin de libérer les particules d'or.

Après les différents processus de lixiviation, la récupération de l'or nécessite un autre processus de raffinage qui est le charbon actif qui correspond à la phase finale du processus ; en effet c'est ici qu'on obtient le lingot fait du précieux alliage (or-argent). Mais avant d'en arriver à la forme finale de lingot, l'or contenu dans le charbon actif doit encore passer par plusieurs étapes commençant par le lavage du charbon, ensuite l'élution et l'électrolyse et enfin la fusion. (Voir chapitre I : 1.3.6 Affinage)

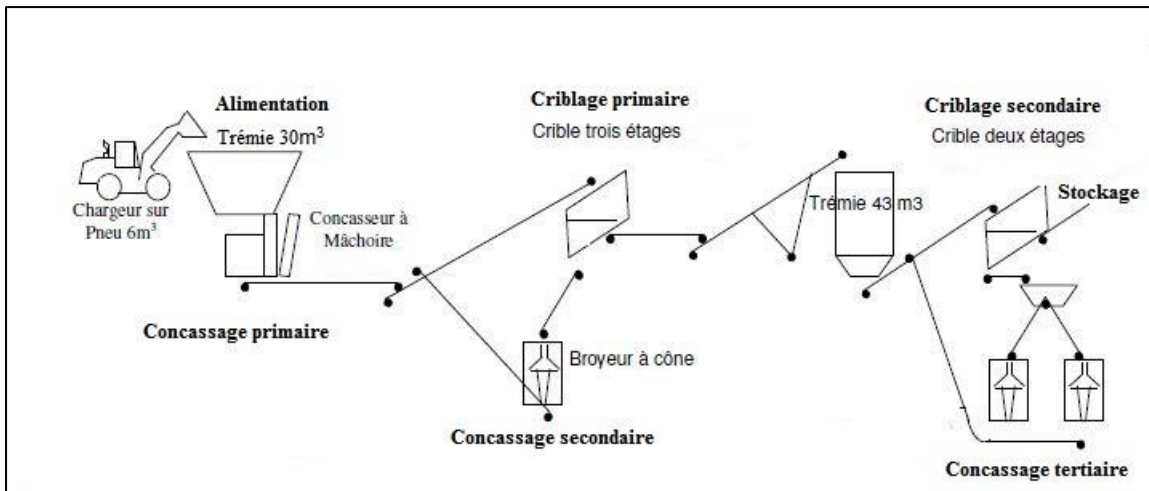
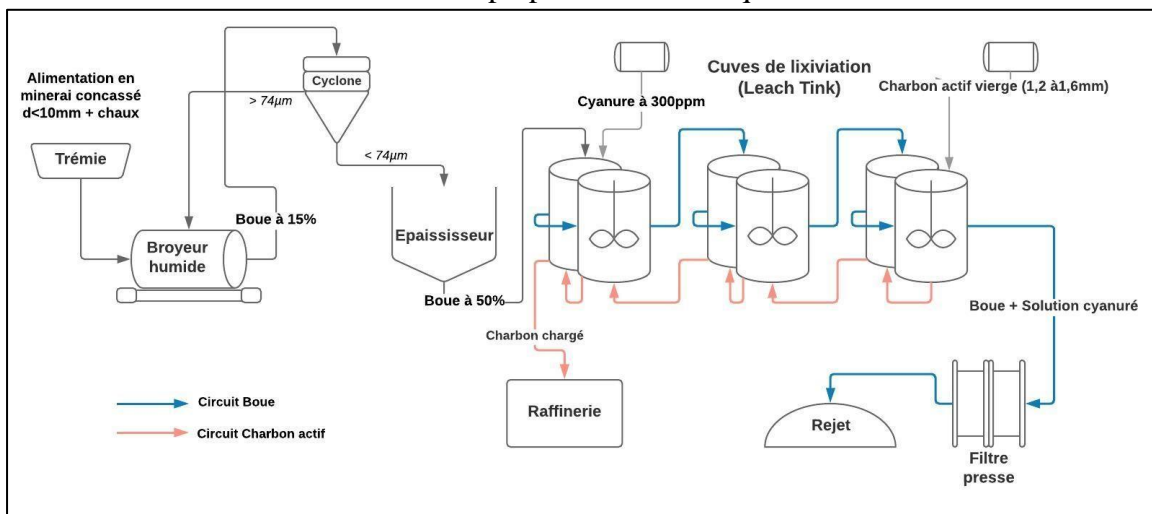
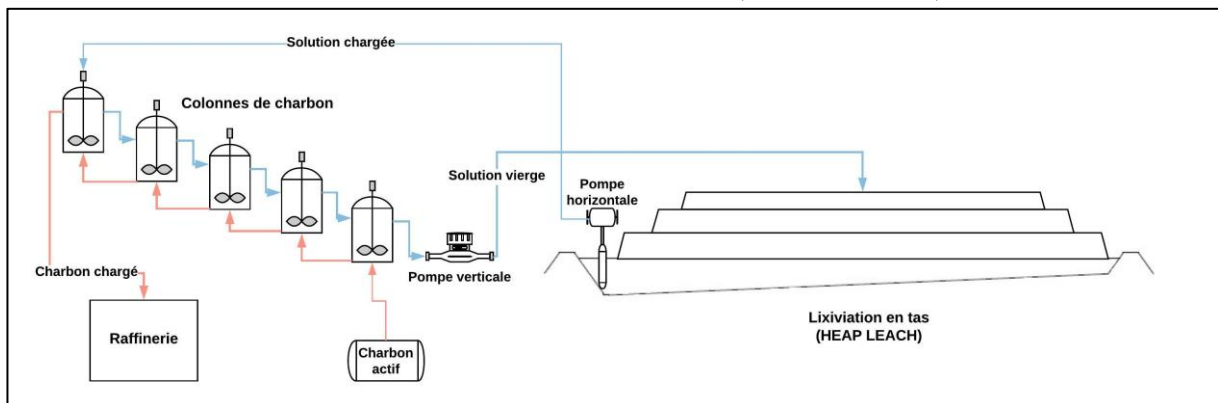


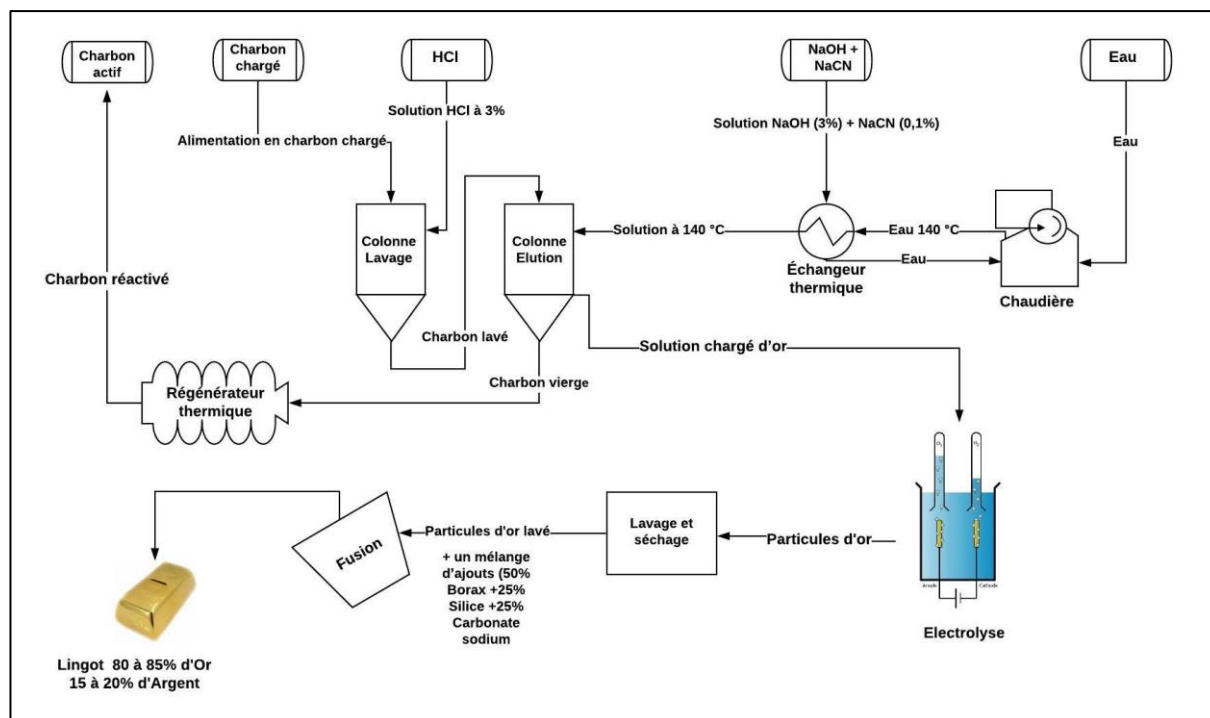
Schéma préparation mécanique



Processus de la lixiviation en cuves (LEACH TINK)



Processus lixiviation en tas (HEAP LEACH)



Processus raffinage d'or

Figure 12 : Différentes phases de traitement du minerai d'or d'Amesmassa (Chemali S & Maouel M, 2018)

1.2 AGENOR

1.2.1 Présentation de l'entreprise

L'agence nationale pour la transformation et la distribution de l'or et des autres métaux précieux, par abréviation AGENOR, filiale du groupe MANAL, créée en janvier 1970 pour la prise en charge des opérations de transformation et d'affinage des métaux précieux (or, argent, platine) pour le marché national. AGENOR est une société par action qui se situe à Berraki, sud de la capitale Alger. L'entreprise possède une unité de transformation comportant des installations d'affinage de l'or et des métaux précieux et un laboratoire d'analyse et d'expertise qui sont destinés à la fabrication des produits industriels en métaux précieux sous forme de lingots, grenaille, fil et plané.

1.2.2 Traitement

L'affinage de l'or est une opération qui consiste à la purification de l'or (99,99%) en enlevant l'argent associé et les autres métaux contenus dans le lingot issu de la mine d'or d'Amesmassa. Le processus est effectué par plusieurs opérations tels que : le grenouillage, l'attaque par l'eau régale, la récupération (réduction, filtrage et séchage) et la fusion.

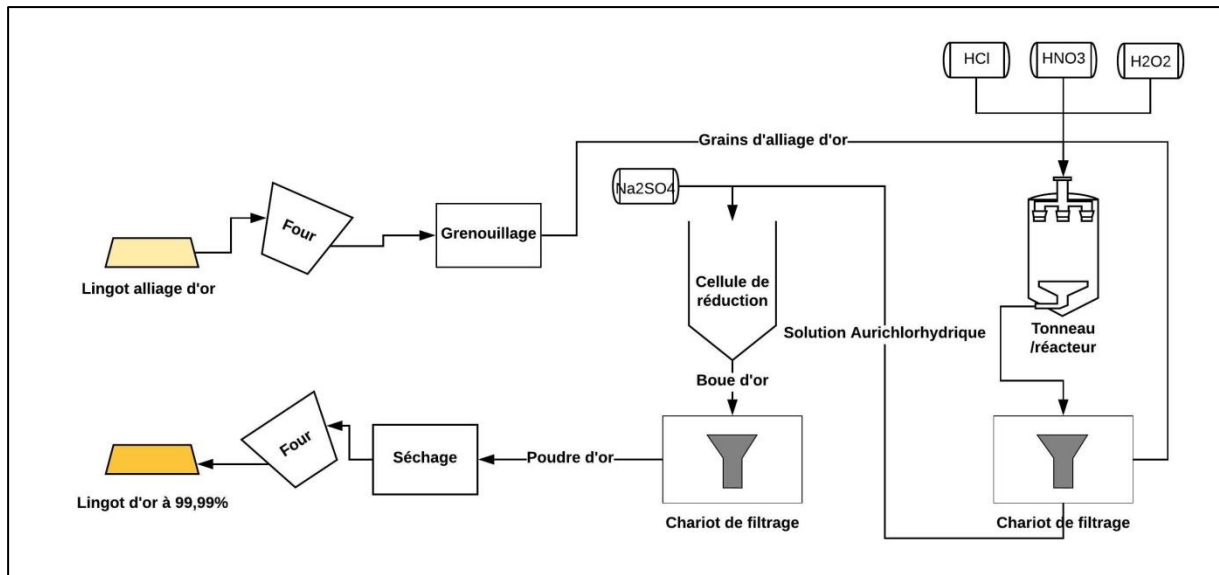


Figure 13 : Processus d'affinage de l'or à AGENOR (Chemali S & Maouel M, 2018)

2 Prélèvement et échantillonnage

Dans le but de caractériser et valoriser les rejets miniers porteurs d'or, on a pris des échantillons de la mine d'Amesmassa qui ont subi plusieurs méthodes de traitement commençant du gisement aurifère exploité par l'ENOR en arrivant au lingot d'or pur à 99,99% de AGENOR.

Tableau 8 : Rejets miniers porteurs d'or

| | |
|--------|------------------------|
| ENOR | Rejet cyanuré 2019 |
| | Rejet cyanuré 2020 |
| | Rejet du charbon actif |
| AGENOR | Rejet de graphite |
| | Rejet de filtre presse |
| | Rejet d'affinage |

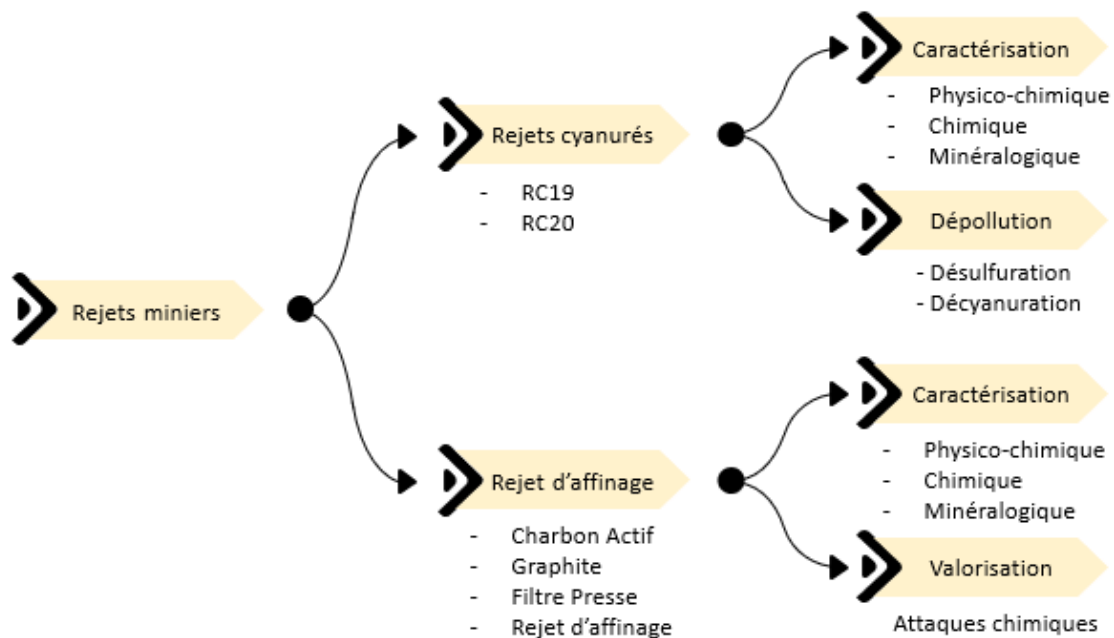


Figure 14 : Méthodologie de travail

La figure ci-dessus explique la méthode de travail suivi dans l'étude qui sera détaillée dans les prochaines pages, et par rapport aux figures 15&16, elles illustrent la provenance des échantillons à partir des chaînes de production de l'ENOR et de l'AGENOR.

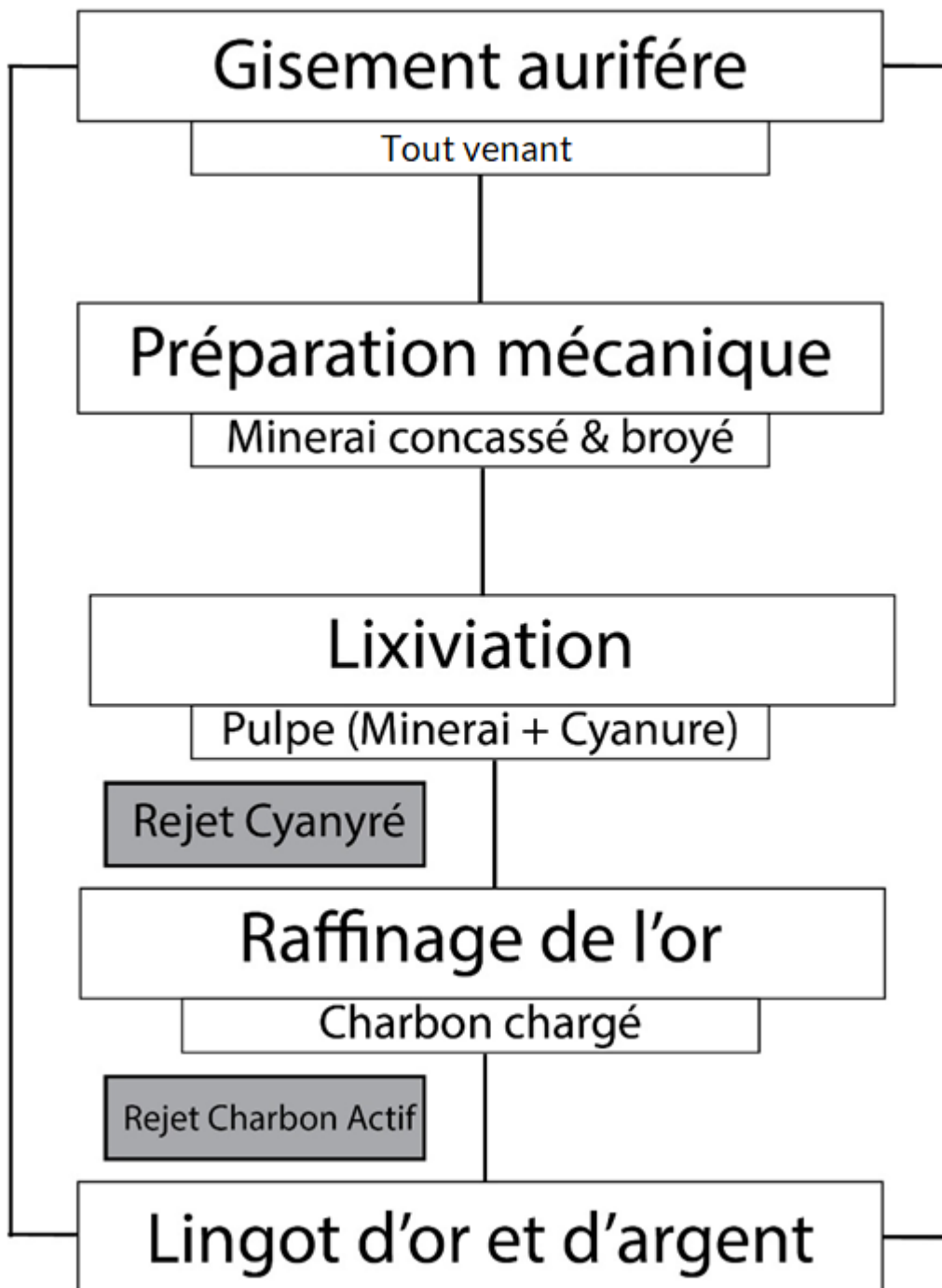


Figure 15 : Rejets miniers provenant de l'ENOR

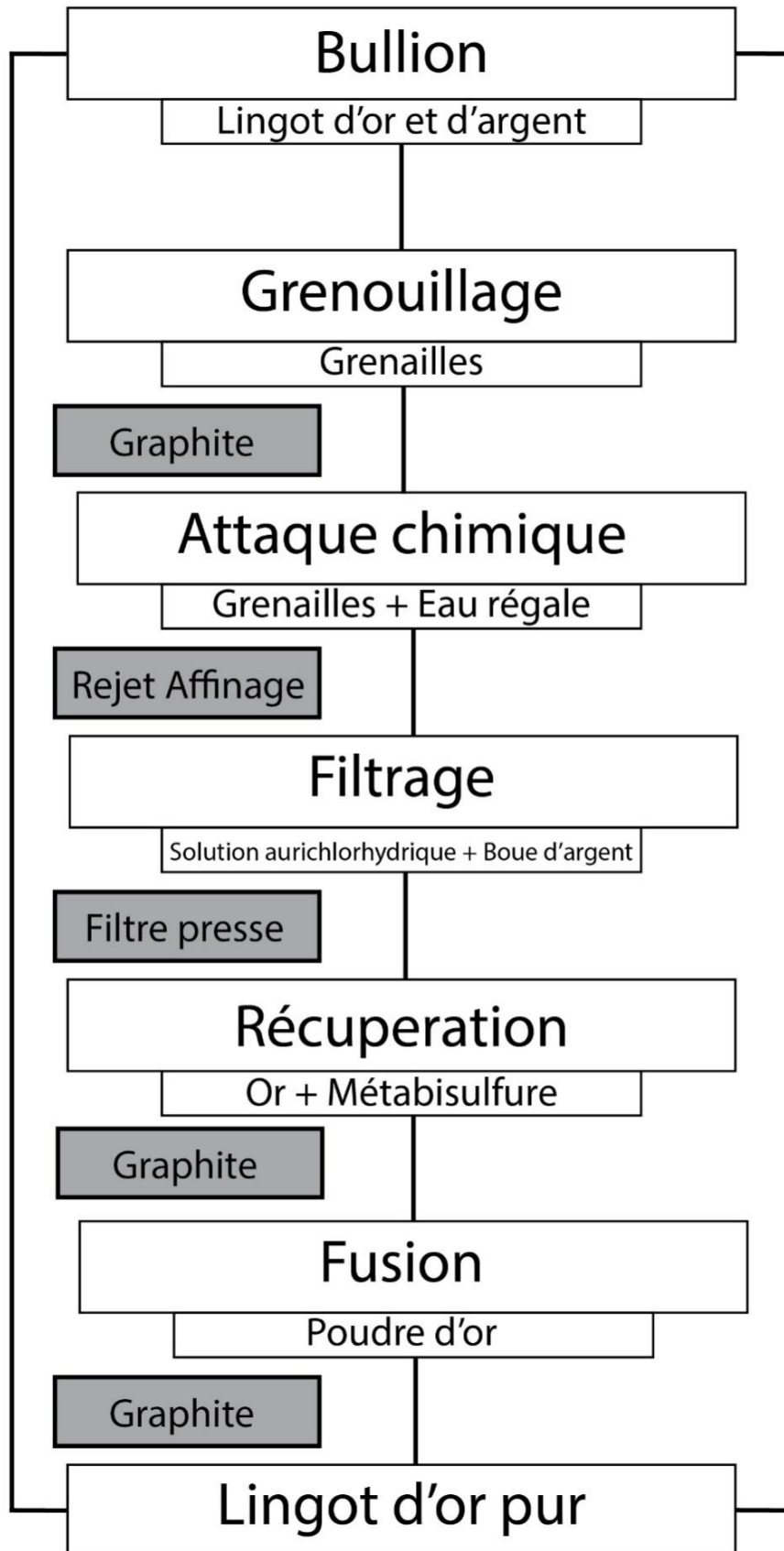


Figure 16 : Rejets miniers provenant d'AGENOR

3 Caractérisation des échantillons avant traitement

3.1 Echantillonnage

L'échantillonnage a pour objectif d'assurer la représentativité de l'échantillon ramené au laboratoire c'est-à-dire, de faire en sorte que l'infime partie soumise à l'analyse soit la plus représentative possible de la masse mère.

Le quartage consiste à séparer l'échantillon en 4 parties. L'échantillon étalé est partagé en 4 quarts sensiblement égaux. On élimine 2 fractions opposées et on réunit les 2 autres fractions. Si la quantité est encore trop importante, le quartage se poursuit selon le même processus jusqu'à l'obtention de la quantité désirée.

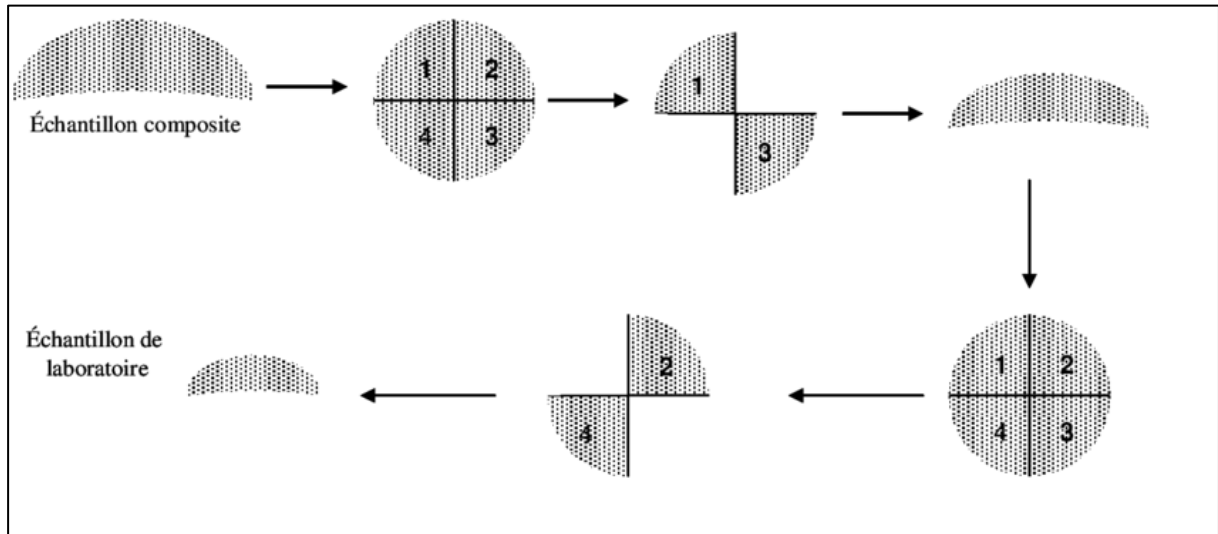


Figure 17 : Méthode de quartage (Zerrouqi Zahra, 2009)

L'échantillonneur est un appareil de laboratoire, permet de diviser facilement en plusieurs parties (8 parties pour le RETSCH PT100) représentatives la totalité d'un échantillon initial, chaque partie étant recueillie dans un bac de manière séparée. (Ghomari F & Bendi Ouis A, 2008)



Figure 18 : Echantillonneur

3.2 Caractérisation physico-chimique

3.2.1 pH (ISO 10390 : 2005)

Un pH-mètre est généralement constitué d'un boîtier électronique permettant l'affichage de la valeur numérique du pH et d'une sonde de pH constituée d'une électrode de verre permettant la mesure et d'une électrode de référence. Avant de procéder à la mesure, il faut d'abord réaliser un étalonnage préalable (réglage de la température, du pH = 7 puis pH = 4). Il sera à effectuer dès que l'appareil est utilisé, mais une fois par utilisation.

On prépare une solution avec un rapport solide équivalent à 1/5, soit 20 g du solide dans 100ml de l'eau distillée, la solution est agitée pendant 30 secondes, puis elle se met en repos pendant 20 minutes, l'opération est répétée 3 fois. On plonge la sonde dans la solution et on lit la valeur du pH.

Avant et entre deux mesures réalisées dans des solutions différentes, il faut immerger la sonde dans un bécher d'eau déminéralisée puis l'essuyer très légèrement avec un papier absorbant (Florence Trouillet, 2008)



Figure 19 : Mesure du pH

3.2.2 Teneur en eau (NFEN 1097-5)

Le test de la teneur en eau permet la détermination de la quantité d'eau existante dans le sol naturel (échantillon).

$$W = \frac{M_w}{M_s} * 100 (\%) \dots (1)$$

M_w : Masse de l'eau dans le sol (échantillon)

M_s : Masse des particules solides du sol (échantillon)

D'abord on doit peser le récipient vide (M_1), et identifier le avec une étiquette. Ensuite l'échantillon à l'état naturel est placé dans le récipient et l'ensemble est pesé (échantillon + récipient) (M_2). Puis l'ensemble (échantillon + récipient) est placé dans l'étuve avec température réglée à 105°C. Après 24h on retire le récipient avec le sol sec et on pèse (M_3) en utilisant la

même balance et en fin avec la relation dessus on détermine la teneur en eau W qui est exprimée en pourcentage.

3.2.3 Masse volumique

La masse volumique ρ est définie comme le rapport de la masse sèche M d'un corps par unité de volume V . Elle est généralement exprimée en t/m^3 ; Kg/dm^3 ; g/cm^3 .

$$\rho = \frac{M}{V} \dots (2)$$

- **Masse volumique apparente (NF P 18-554)**

La masse volumique apparente d'un matériau est la masse volumique d'un volume donné du matériau pris en tas, comprenant à la fois des vides perméables et imperméables de la particule ainsi que les vides entre particules.

Pour effectuer la mesure on doit en premier lieu peser le récipient utilisé (M_1), puis on met le matériau dans un entonnoir à 10 cm environ au-dessus du récipient utilisé et on laisse couler le matériau uniformément (no trop vite, ni trop lentement) jusqu'à ce qu'il déborde tout autour en formant un cône. Puis on arase en dents de scies dans deux sens perpendiculaires, à l'aide d'une règle sans tasser en prenant appuis sur les bords du récipient. En fin, on pèse l'ensemble (matériau + récipient).

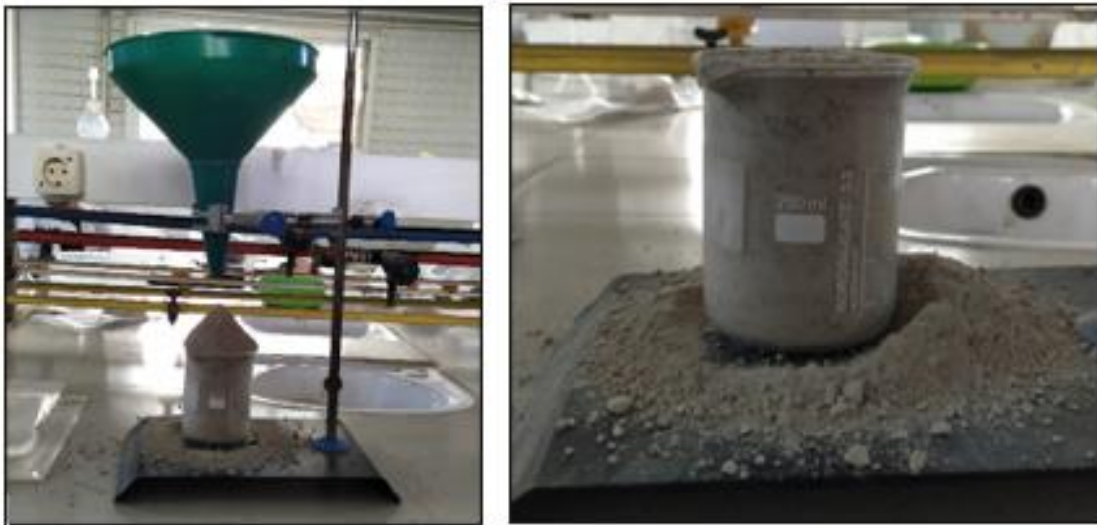


Figure 20 : Mesure de la masse volumique apparente

- **Masse volumique absolue (NFP 94-054)**

La masse volumique absolue ne prend pas en considération les pores intergranulaires contenus dans le corps, pour le faire on procède par la méthode du pycnomètre.

D'abord le pycnomètre est posé sur la balance pour la pesé (M_1). Ce dernier est rempli d'une masse quelconque du matériau en question et pesé de nouveau (M_2), ensuite on introduit 2/3 d'eau distillé du volume du pycnomètre et on laisse décanter. Après la décantation complète on complète avec de l'eau et on pèse de nouveau (M_3).

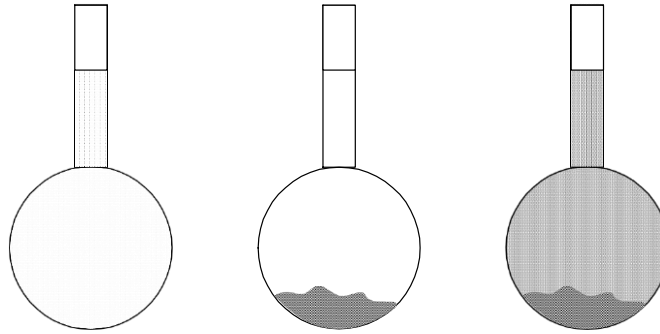


Figure 21 : Représentation schématique de la méthode du pycnomètre

$$\rho_{absolue} = \frac{M}{V_1} \dots (3)$$

Masse de la poudre : $M = M_2 - M_1$

Volume de l'eau ajouté : $V = M_3 - M_2$

Volume de la poudre : $V_1 = 55 - V$



Figure 22 : Mesure de la masse volumique absolue

3.2.4 Porosité (NF P94-410-3)

La porosité est l'ensemble des vides (pores) d'un matériau solide. C'est une grandeur physique comprise entre 0 et 1, qui conditionne les capacités d'écoulement et de rétention d'un substrat

La porosité est aussi une valeur numérique définie comme le rapport entre le volume des vides et le volume total d'un milieu poreux

$$\varphi = \frac{V_{Pores}}{V_{Total}} \dots (4)$$

Pour la mesurer, il suffit de prendre un volume connu du matériau dans un bécher, et rajouté de l'eau jusqu'à la saturation totale (Cas de poudre), ce volume est le volume des pores.

3.2.5 Essai au bleu de méthylène (NF P 94-068)

L'essai au bleu de méthylène, est utilisé pour déterminer l'argilosité d'un sol. L'essai consiste à déterminer la quantité de particules argileuses présentes dans l'échantillon. Pour cela, on utilise du bleu de méthylène, substance adsorbée de préférence par les argiles. L'essai vise à mesurer la quantité de bleu de méthylène fixée par 120 g de la fraction granulaire de sol analysé.

Pour ce faire, on prend une quantité de sol égale à 120g, et on l'immerge dans 500ml de l'eau distillé et on règle le compteur sur 600 t/min puis on laisse agiter pendant 5min et on règle de nouveau l'agitateur à 400 tr/min. A l'aide de la burette, on injecte une dose de 5 ml de solution de bleu de méthylène. Après 1 minute on fait le test de la tache sur le papier filtre. On recommence les injections de 5 ml jusqu'à ce que le test devienne positif (Apparition de l'auréole). A ce moment, sans rien ajouter, laisse s'opérer l'adsorption du bleu, qui n'est pas instantanée, tout en effectuant des tests de minute en minute. Si l'auréole bleu clair disparaît à la cinquième tache, on procède à de nouvelles additions élémentaires de bleu de 2 ml. On renouvelle ces opérations jusqu'à ce que le test demeure positif pendant cinq minutes consécutives : le dosage est alors considéré comme terminé. A la fin du process, on note V la quantité de solution de bleu adsorbée au total (en ml).

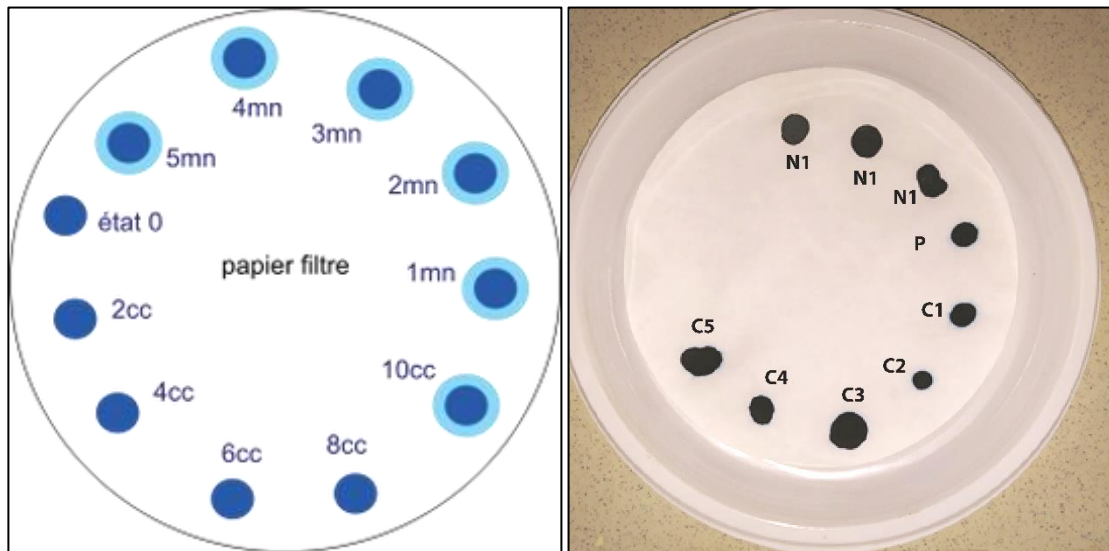


Figure 23 : Essai au bleu de méthylène

La valeur de bleu (V_b) représente la quantité de bleu (en g) adsorbée pour 100 g de sol sec lorsque le test de la tâche est positif. Elle est exprimée par la relation suivante :

$$V_b = 100 \times \frac{V_i \times C_b}{M_s} \dots (5)$$

C_b : concentration de la solution du bleu de méthylène (g/ml), habituellement : 0,01 g/ml

M_s : masse d'argile (g)

V_i : volume de bleu introduit (ml)

Connaissant la masse molaire du bleu de méthylène, et en admettant que le bleu est entièrement adsorbé sous forme monovalente (Clement, 1988), la capacité d'échange cationique (CEC) de l'argile est déterminé par la relation suivante :

$$CEC = \frac{V_B}{374} \dots (6)$$

Pour déterminer la surface spécifique totale, on considère que les molécules de bleu sont disposées d'une façon telle que la surface couverte est de 130 \AA^2 par molécule (les molécules de bleu de méthylène sont disposées parallèlement aux couches d'argile et forment une couche mono moléculaire. La surface spécifique totale est donnée par la relation suivante :

$$S_s = V_b \times \frac{6,23 \cdot 10^{23} \times 130 \cdot 10^{20}}{374 \times 100} = 20,9 \times V_b \dots (7)$$

3.2.6 Analyse granulométrique (NF EN 933-1)

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 9 : Diamètre des tamis utilisés pour l'analyse granulométrique

| | | | | | | | | | | | | |
|---------------|---|-----|------|-----|-------|-----|------|-----|------|-------|------|------|
| Diamètre (mm) | 1 | 0,8 | 0,63 | 0,5 | 0,315 | 0,2 | 0,16 | 0,1 | 0,08 | 0,063 | 0,05 | 0,04 |
|---------------|---|-----|------|-----|-------|-----|------|-----|------|-------|------|------|

Les résultats sont ensuite présentés sous forme de courbes où l'on porte en abscisse la dimension des mailles sur une échelle logarithmique, et en ordonnée les pourcentages de tamisât cumulé. Une fois la courbe granulométrique tracée, nous pouvons calculer certains coefficients qui permettront ensuite de pouvoir déterminer les caractéristiques de notre échantillon.

- **Coefficient d'uniformité :**

Il permet de savoir si la granulométrie est étalée ou serrée. Ce coefficient est défini par la relation suivante où le D_{60} et le D_{10} représentent respectivement le passant de 60% et de 10% des échantillons :

$$C_u = \frac{D_{60}}{D_{10}} \dots (8)$$

Si $C_u < 2$: La granulométrie est serrée (uniforme) ; sinon la granulométrie est étalée.

- **Coefficient de courbure :**

Il vient en complément de coefficient d'uniformité dans la classification des sols. Afin de déterminer si la granulométrie est bien graduée (un sol est mal gradué si une fraction des grains prédomine). Le coefficient de courbure est donné par l'équation suivante où le D_{30} représente le passant de 30% des échantillons :

$$C_c = \frac{D_{30}^2}{D_{10} \cdot D_{60}} \dots (9)$$

Si $1 < C_c < 3$: la granulométrie est bien graduée ; sinon la granulométrie est mal graduée.



Figure 24 : Tamiseuse vibrante RETSCH AS200

3.3 Caractérisation minéralogique

3.3.1 Diffraction de Rayons X (DRX)

Une technique de base de la caractérisation des matériaux, la diffraction de rayons X permet la détermination des phases minérales micro et poly-cristallines des matériaux.

L'état cristallin est caractérisé par la répartition tri périodique dans l'espace d'un motif atomique. Cette répartition ordonnée constitue des plans parallèles et équidistants que l'on nomme plans réticulaires $\{h,k,l\}$. Les distances interréticulaires sont de l'ordre de 0.15 \AA à 15 \AA et dépendent de la disposition et du diamètre des atomes dans le réseau cristallin. Elles sont constantes, caractéristiques du cristal et peuvent être calculées grâce à la diffraction de rayons X.

Un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle qui frappe un cristal est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou loi de Bragg est réalisée :

$$\mathbf{n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin \theta_n}$$

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons X.

d : distance de deux plans réticulaires.

θ : angle d'incidence des rayons X.

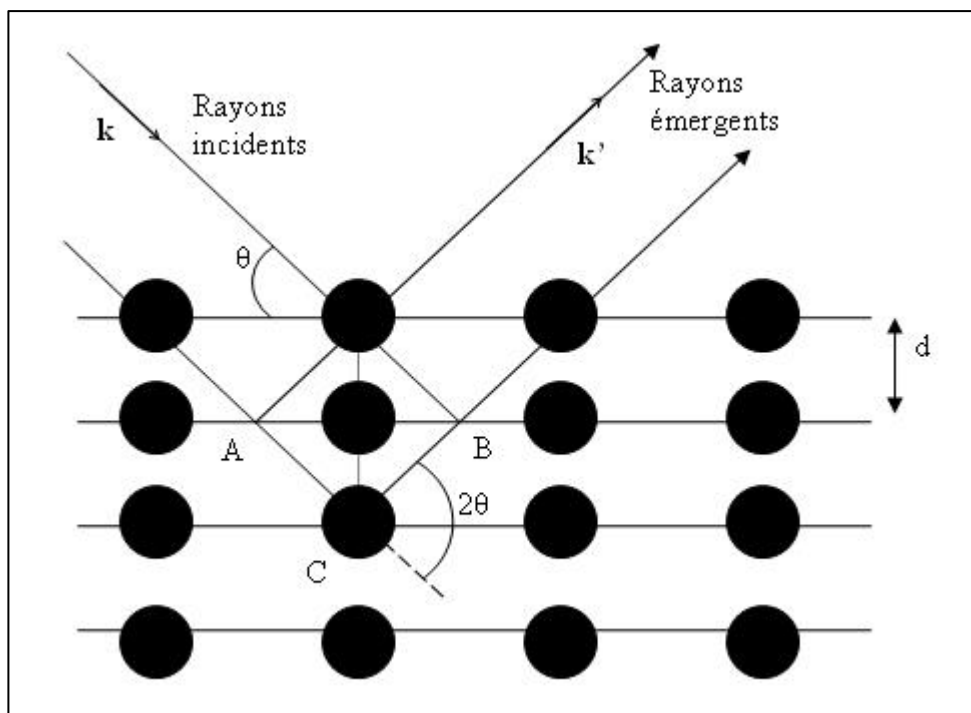


Figure 25 : Réflexion des rayons X par une famille de plans réticulaires espacés d'une distance d (Aronica et Jeanneau, 2009)

Le matériau est bombardé par un faisceau de rayons X monochromatiques et parallèles de longueur d'onde connue, produit grâce à une anticathode de cuivre. Le rayonnement émis est défini par un système de fentes et de fenêtres situées avant et après l'échantillon. Ce dernier est étalé sous forme de poudre sur une lame de verre qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe situé dans son plan. Les particules étant orientées au hasard, il y aura toujours une famille de plans donnant lieu à la diffraction.

Un détecteur ou compteur mesure l'intensité du rayonnement X diffracté dans certaines directions. Il tourne autour du même axe mais à une vitesse double de celle de l'échantillon. Un diaphragme à couteau permet d'éliminer l'effet parasite du faisceau incident dans les petits angles. L'enregistrement réalisé est la courbe de l'intensité des rayons X diffractés en fonction des angles de diffraction.

L'acquisition est effectuée par une unité de contrôle et le traitement des diffractogrammes ou spectres s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les données des fiches ASTM (American Society for Testing and Materials). La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé. (Chrostophe Aronica, 1976).

Les échantillons analysés par la DRX modèle D8 ADVANDE de chez BRUKER AXS sont issus de l'ENOR et de AGENOR (voir tableau 8).

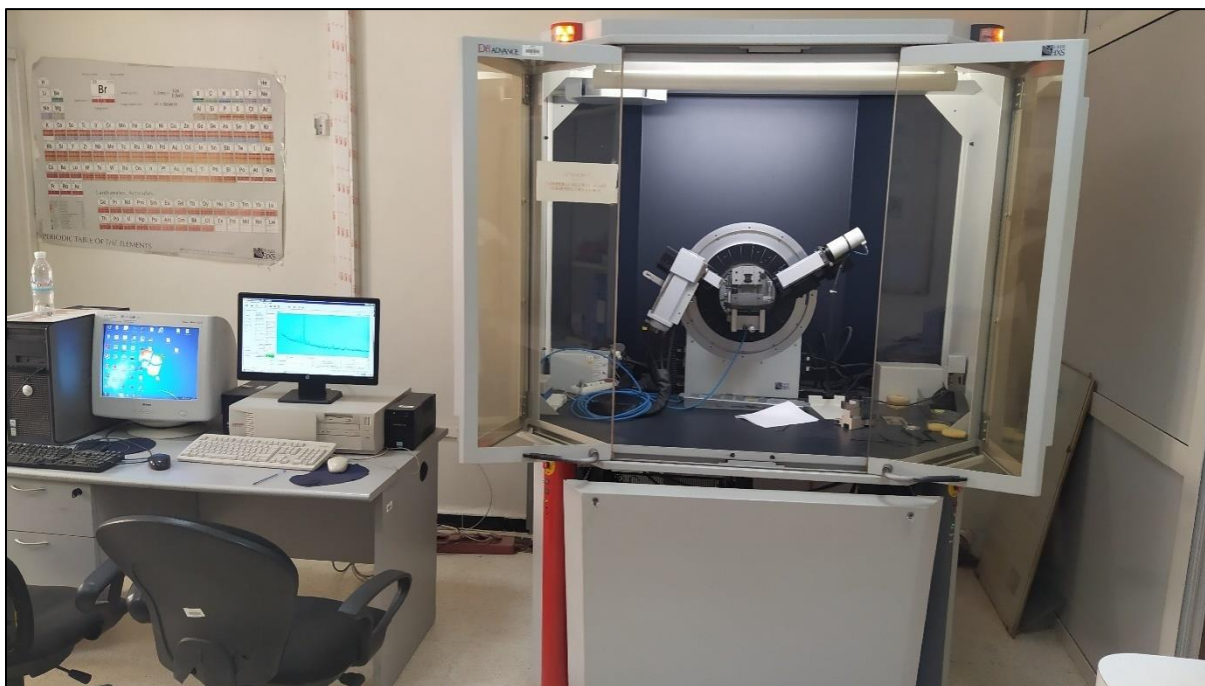


Figure 26 : Equipement de la diffraction des rayons X (D8 ADVANDE, Laboratoire de CDTA)

3.3.2 Spectroscopie RAMAN

La spectroscopie Raman est une technique de spectroscopie moléculaire qui repose sur l'interaction de la lumière avec la matière pour obtenir des informations sur la composition ou les caractéristiques de la matière étudiée. Les informations obtenues par spectroscopie Raman résultent d'un processus de diffusion de la lumière. La spectroscopie Raman permet d'obtenir des informations sur les vibrations intra- et intermoléculaires et peut fournir des données complémentaires pour mieux comprendre la réaction. La spectroscopie Raman définit le spectre caractéristique des vibrations d'une molécule « empreinte moléculaire », dans le but d'identifier une substance et permet d'obtenir des informations supplémentaires sur les modes de fréquence inférieures et sur les vibrations caractéristiques des réseaux cristallins et des structures moléculaires.

Lorsque la lumière interagit avec des molécules en milieu gazeux, liquide ou solide, la grande majorité des photons sont dispersés ou propagés mais l'énergie cinétique des photons excitateurs est conservée. Ce phénomène est appelé la diffusion élastique, ou diffusion Rayleigh. Un faible nombre de photons, environ 1 photon pour 10 millions, va se diffuser à une fréquence différente des photons excitateurs. Ce processus est appelé diffusion inélastique, ou effet Raman. Cet effet permet de déterminer la signature vibratoire d'une molécule, ce qui donne des indications sur sa structure et sur son mode d'interaction avec les molécules qui l'entourent. (Mettler Toledo).

Les échantillons analysés par le spectromètre RAMAN modèle LabRAM HR EVOLUTION de chez HORIBA scientifique sont issus de l'ENOR et de AGENOR (voir tableau 8).

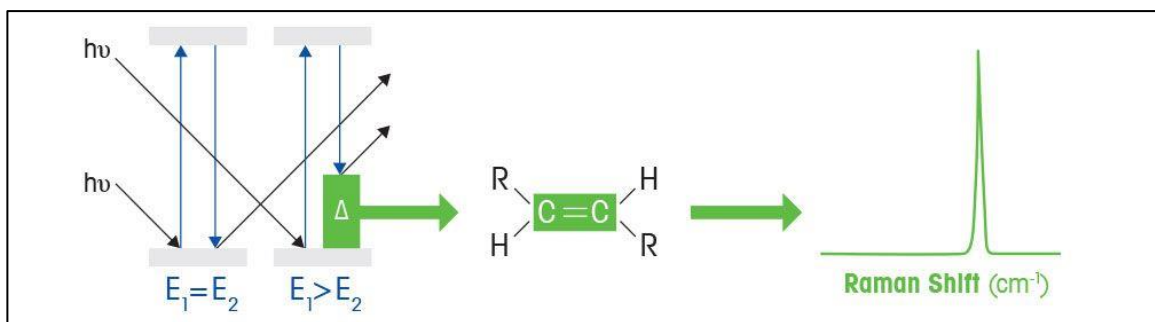


Figure 27 : Processus de diffusion Raman (Mettler Toledo)

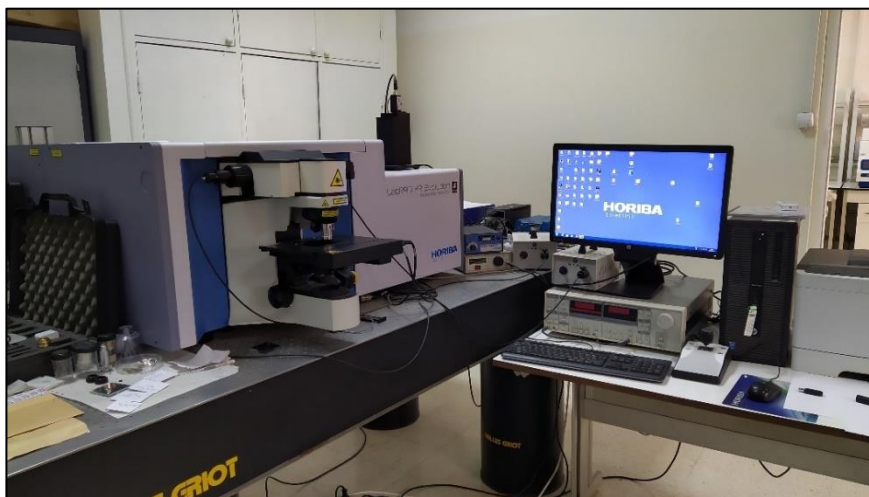


Figure 28 : Equipement de la spectroscopie Raman (LabRAM HR EVOLUTION, Laboratoire de CDTA)

3.4 Caractérisation chimique

3.4.1 Spectrométrie par fluorescence X

La spectrométrie par fluorescence X ou XRF est une technique analytique permettant d'obtenir des analyses quantitatives élémentaires. L'échantillon est bombardé par des photons émis d'un tube à rayon X. Des électrons appartenant aux couches internes des atomes sont alors éjectés. Il s'agit de la phase d'absorption du rayonnement primaire. Les atomes de la matière ainsi ionisés par leur électron « manquant » se trouvent en état instable. Les couches internes de ces atomes se réorganisent afin de tendre vers un état plus stable. Les électrons des couches plus externes supérieures comblent les couches internes insaturés, il s'agit de la phase d'émission (faisceau de rayon X secondaire émis). Cette relaxation électronique libère une énergie sous la forme d'un photon caractéristique pour chaque atome et pour chaque transition de chaque atome. Ces photons peuvent être détectés par un compteur SSD « Silicon Drift Dectector » ou diode Si-PIN qui va permettre d'identifier l'atome en fonction de son énergie. Du flux de photons reçus, l'analyseur peut aussi déduire en temps réel la concentration correspondante. Lorsque les photons sont traités séquentiellement, il s'agit d'une analyse dispersive en énergie. La spectrométrie par fluorescence X est une technique analytique non destructive (Quantum-rx).

Les échantillons analysés par le XRF modèle Niton XL2 de chez Thermo scientific sont issus de l'ENOR et de AGENOR (voir tableau 8) et les produits de désulfuration par flottation ainsi que les concentrés de la séparation gravimétrique.

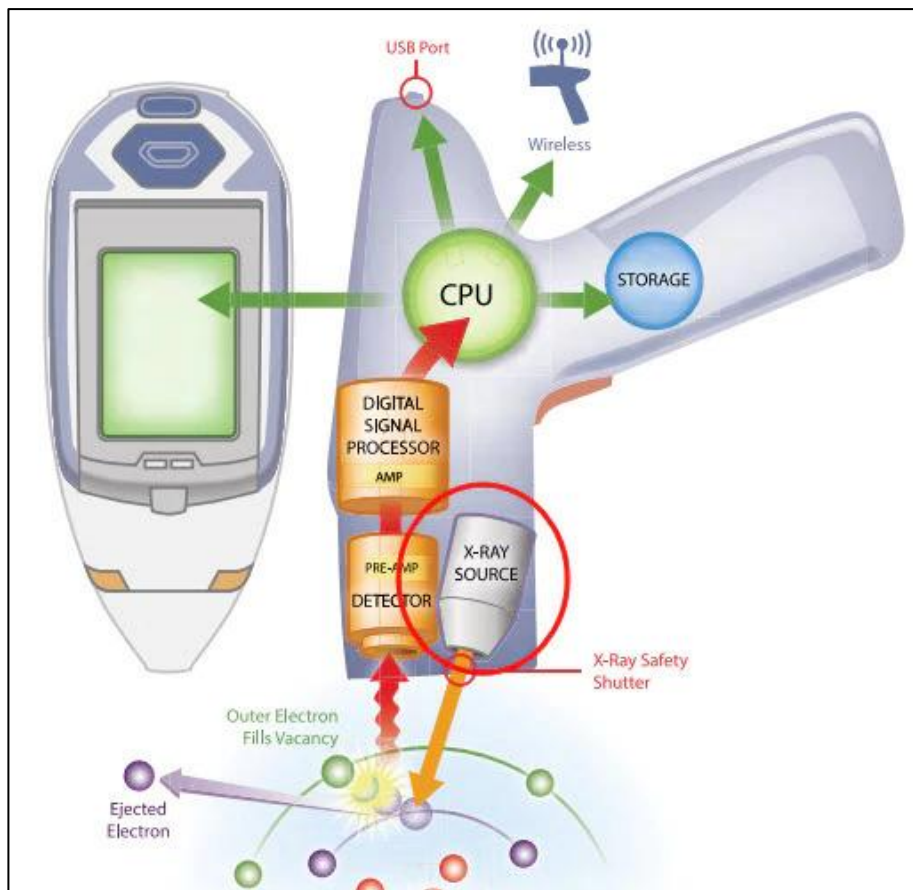


Figure 29 : Dispositif de la spectrométrie par fluorescence X (Esa Nummi, 2015)

4 Description des essais

4.1 Dépollution

4.1.1 Désulfuration

La dernière décennie a connu l'émergence de nouvelles techniques de gestion des rejets de concentrateur, notamment, par intégration au circuit de traitement minéral. La principale technique consiste à extraire la quantité optimale de minéraux responsables de la génération du drainage acide et de la pollution métallique des effluents (les sulfures), avant la sortie du concentrateur minier, et donc avant son dépôt en surface dans les aires d'accumulation. Il s'agit de retirer suffisamment de sulfures pour que le résidu final possède un équilibre, tel qu'il ne soit pas générateur d'acide. Cette technique est appelée « désulfuration environnementale ». La désulfuration se pratique habituellement par flottation non sélective des minéraux sulfurés. Cette méthode de séparation utilise le principe de la différenciation entre les minéraux hydrophiles, qui restent dans la pulpe, et les minéraux hydrophobes, qui se concentrent dans la mousse au sommet de la cellule de flottation.

La technique a été appliquée sur les deux rejets cyanurés de Amesmassa (RC19 & RC20).

Tableau 10 : les différents réactifs utilisés et leurs rôles

| Types de réactifs | Réactifs utilisés | Rôle |
|-------------------|---------------------|---|
| Régulateur de pH | Carbonate de sodium | Changer la valeur du pH naturel du minéral. |
| Activant | Sulfate de cuivre | Affiner la sélectivité de l'hydrophobisation entre les différentes phases minérales du minéral. |
| Collecteur | Xanthates | Réduire l'affinité des sulfures avec l'eau en les rendant hydrophobes |
| Moussant | Huile de pin | Favoriser la formation et la stabilité des bulles |

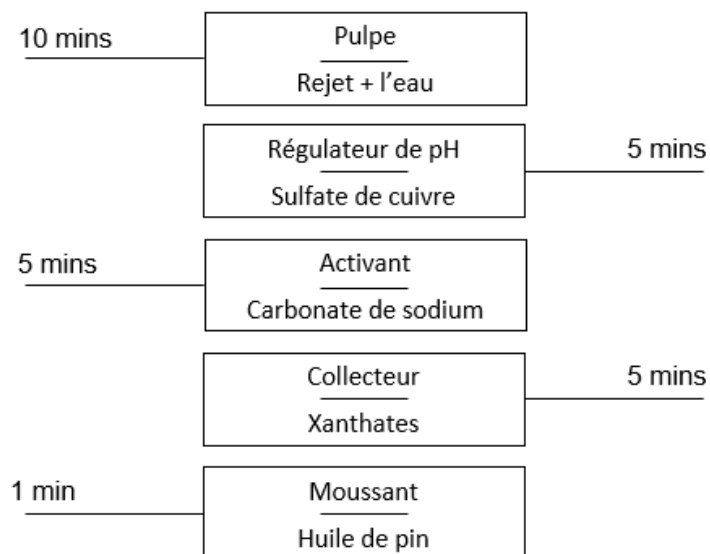


Figure 30 : Protocole de désulfuration par flottation

Tableau 11 : Essais de flottation avec leurs paramètres variables respectifs

| | | Flottation principale | Flottation de contrôle | Flottation principale | Flottation de contrôle | Flottation principale | Flottation de contrôle | | |
|-------|----------|-----------------------|------------------------|-----------------------|------------------------|-----------------------|------------------------|--------------|--------------------|
| Essai | Broyage | Régulateur de pH | | Activant | | Collecteur | | Moussant | |
| | < 100 µm | Carbonate de sodium | | Sulfate de cuivre | | Xanthate | | Huile de pin | |
| 1 | Sans | pH Naturel | / | 100 g/t (0,37 ml) | / | 200 g/t (0,75 ml) | 200 g/t (0,75 ml) | 1 goutte | |
| 2 | Avec | | | 100 g/t (0,37 ml) | | 200 g/t (0,75 ml) | 200 g/t (0,75 ml) | | |
| 3 | | | | 100 g/t (0,37 ml) | | 400 g/t (1,5 ml) | 300 g/t (1,125 ml) | | |
| 4 | | | | 100 g/t (0,37 ml) | | 600 g/t (1,25 ml) | 400 g/t (1,5 ml) | | |
| 5 | | | | 10 | | 100 g/t (0,37 ml) | 200 g/t (0,75 ml) | | 200 g/t (0,75 ml) |
| 6 | | | | | | 100 g/t (0,37 ml) | 400 g/t (1,5 ml) | | 300 g/t (1,125 ml) |
| 7 | | | | | | 100 g/t (0,37 ml) | 600 g/t (1,25 ml) | | 400 g/t (1,5 ml) |



Figure 31 : Réactifs chimiques utilisés pour la flottation



Figure 32 : Cellule de flottation (Denver)

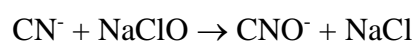
4.1.2 Décyanuration

La plupart des procédés de décyanuration sont basés sur l'oxydation des cyanures en cyanates, beaucoup moins toxiques. Cependant les techniques d'oxydation peuvent être diverses, on a utilisé -dans notre étude- deux techniques, l'hypochlorite de sodium et le peroxyde d'hydrogène.

Pour le protocole expérimental, on prépare une solution de rejet cyanuré avec un rapport solide liquide de 1/5, soit 10 g du solide dans 100ml de l'eau distillée, la solution est mise en agitation avec une mesure de pH, s'il est inférieur à 11 il faut l'ajuster par l'ajout de l'hydroxyde de sodium (NaOH), sinon, on ajoute la solution choisie pour le traitement (Hypochlorite de Sodium ou Peroxyde d'hydrogène). Le contact est de 30 min, 1h et 2h pour suivre les variations du pH et du potentiel redox.

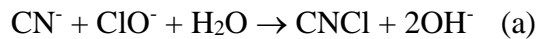
- **Hypochlorite de sodium NaClO**

C'est la méthode la plus répandue industriellement. La réaction globale est :



Cette réaction a lieu à des pH basiques supérieurs à 11. En fait, elle est l'addition de deux réactions :

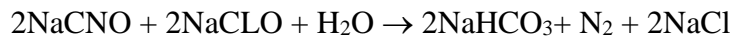
- Transformation des cyanures en chlorure de cyanogène



- Saponification du chlorure de cyanogène en cyanate



On peut poursuivre l'oxydation jusqu'au niveau de l'azote

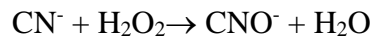


Ainsi l'oxydation n'est en général poussée que jusqu'au stade cyanate.

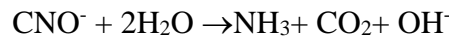
La réaction (a) est pratiquement instantanée et donc ne dépend que peu du pH. Par contre la réaction (b) en dépend fortement. En effet, sa vitesse chute fortement quand le pH devient inférieur à 10. Or le chlorure de cyanogène ayant une toxicité voisine de celle d'HCN, il est nécessaire d'opérer à des pH supérieurs à 11 pour être sûr d'éviter la formation de chlorure de cyanogène (Pareau et al, 1995).

- **Peroxyde d'hydrogène H₂O₂**

L'eau oxygénée est un oxydant puissant qui agit de la façon suivante sur les cyanures



Cette réaction est suivie d'une hydrolyse des cyanates



La cinétique de transformation des cyanures en cyanates est lente et il est nécessaire d'utiliser du cuivre comme catalyseur. D'autre part pour des pH très élevés la cinétique d'oxydation devient très lente la réaction est même parfois incomplète (Pareau et al, 1995).

Ce procédé permet l'élimination des cyanures libres et des complexes métalliques, ainsi que des cyanures de nickel difficiles à oxyder. H₂O₂ peut être couplé à d'autres constituants (hypochlorite de sodium).

La technique a été appliquée sur les deux rejets cyanurés de Amesmassa (RC19 & RC20).

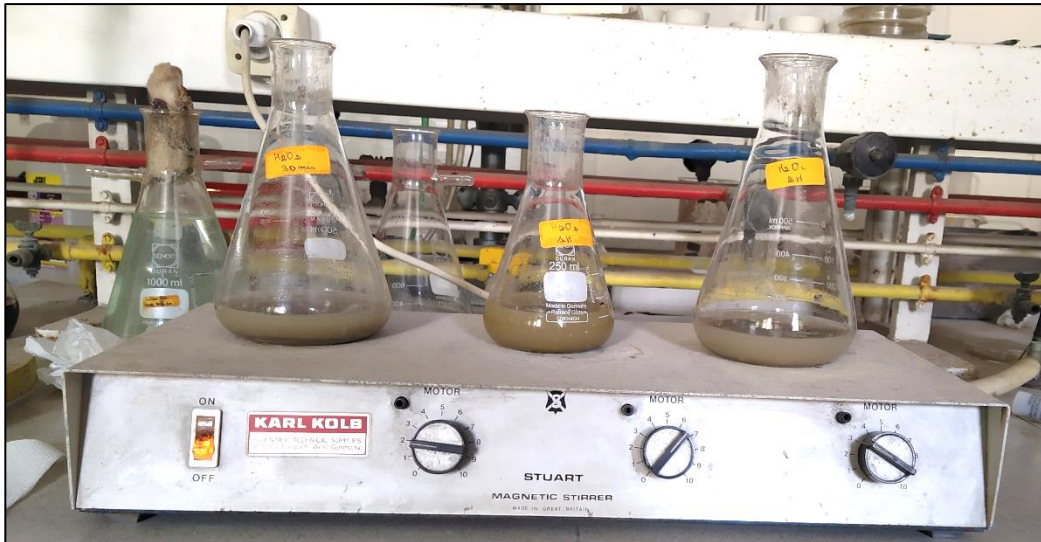


Figure 33 : Processus de décyanuration



Figure 34 : Suivi cinétique de la réaction (pH et potentiel redox)

4.1.3 Dosage du cyanure

Les cyanures sont dosés par une solution de nitrate d'argent. La solution de cyanure à doser est dans un bécher et la solution titrée de nitrate d'argent dans la burette. Les ions Ag^+ donnent avec les ions CN^- initialement en excès, un complexe (soluble) : $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$. Quand tous les ions cyanure ont réagi, le nitrate d'argent en excès donne avec le complexe un précipité (insoluble) de cyanure d'argent AgCN (ou $\text{Ag}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$) blanc, difficilement visible. Pour faciliter le dosage, on ajoute de l'iodure de potassium KI ; lorsque tous les ions CN^- ont réagi pour donner le complexe $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$, les ions Ag^+ en excès donnent avec les ions I^- un précipité jaune d'iodure d'argent AgI .

Tableau 12 : Mode opératoire du dosage du cyanure

| | | |
|---------|-----------------------------|-------------|
| Becher | Solution de cyanure à doser | 10 ml |
| | Ammoniaque | 2 ml |
| | Eau distillée | 5 ml |
| | Iodure de sodium | 1 ml |
| Burette | Nitrate d'argent | 0,025 mol/l |



Figure 35 Mode opératoire du dosage du cyanure

4.2 Valorisation

4.2.1 Séparation gravimétrique par table à secousses

Le principe de la séparation gravimétrique est lorsqu'un film d'eau coule sur une surface plate inclinée, l'eau près de la surface est retardée par la friction. La vitesse augmente vers la surface libre de l'eau. Si des particules de minerai sont introduites dans l'eau, les particules plus petites ne se déplacent pas aussi vite que celles plus grandes, puisqu'elles sont submergées dans la partie plus lente du film. En même temps, les particules plus lourdes seront moins entraînées que les particules plus légères. Ainsi, une nette séparation se produira entre des particules grossières et légères et particules petites et lourdes. Ce type de séparation est exploité dans les tables à secousses, peut être le séparateur le plus parfait qu'il existe.

La table à secousses consiste en une table inclinée, en longueur et en largeur. L'alimentation, suspension à environ 30% en solides, est introduite dans le coin le plus élevé. De l'eau de lavage est introduite aussi du côté de l'alimentation. La table est secouée en sa longueur, avec un mouvement en avant lent et vers l'arrière très rapide. Cette action ouvre le lit de particules, permettant aux plus lourdes de sombrer et facilitant aussi le transport longitudinal. Les particules sont soumises à deux forces : une due aux secousses (qui traîne les particules en longueur) et l'autre, perpendiculaire due au film d'eau.

La table est munie de « riffles » ou cannelures qui empêchent les petites particules lourdes de s'en aller vers les rejets, les plus grandes et légères pouvant remonter les riffles. La hauteur des cannelures décroît vers l'extrême plus éloigné pour permettre un certain nettoyage des particules attrapées à l'intérieur : celles placées au-dessus de la couche de particules, à cause de leur densité plus faible, seront entraînées par l'eau de lavage, étant ainsi séparées de celles situées plus au fond, elles étant plus lourdes.

Les variables d'opération les plus importantes sont : angles de la **Table à Secousses**, densité de la pulpe alimentée, ajout d'eau de lavage, position des couteaux, vitesse de secousses, fréquence. Des variables de design sont : forme de la table, matériel de la surface, forme et disposition des riffles, présentation de l'alimentation (René Del Vellar, 2001).

La technique a été appliquée sur les deux rejets de l'AGENOR, le filtre presse, le graphite et le rejet d'affinage.

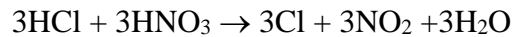


Figure 36 : Séparation gravimétrique par table à secousses

4.2.2 Attaque chimique

L'eau régale, ou eau royale, a été découverte au IXe siècle par l'alchimiste Jabir ibn Hayyan. De couleur jaunâtre, elle était alors réputée pour avoir la faculté de dissoudre des métaux comme l'or.

L'eau régale est obtenue en faisant réagir une mole d'acide nitrique avec trois moles d'acide chlorhydrique, une réaction dont l'équation s'écrit :



L'action sur l'or, par exemple, a lieu selon le processus suivant : l'acide nitrique oxyde l'or au cours d'un premier stade ; l'ion aurique Au^{+++} ainsi obtenu s'associe alors avec l'ion chlorure Cl^- (provenant de l'acide chlorhydrique) pour former un complexe stable, l'ion tétrachloraurate AuCl_4^- . La formation de ce complexe stable déplace l'équilibre du premier stade vers la production de l'ion aurique. L'effet de l'ion chlorure sur l'oxydation de l'or se traduit par l'abaissement du potentiel d'oxydoréduction de l'or en présence de l'ion chlorure.

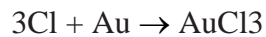


Tableau 13 : Attaques chimiques et leurs paramètres variables respectifs

| | Type de rejet | Agitation | Temps de contact | Température |
|--------------|----------------|-----------|------------------|-------------|
| Eau régale | Charbon actif | Sans | 24h | 30 C° |
| | Graphite | | | |
| | Filtre presse | | | |
| | Rejet affinage | | | |
| Eau régale | Graphite | Avec | 4h | 80 C° |
| | Filtre presse | | | |
| | Rejet affinage | | | |
| Hypochlorite | Graphite | | | 30 C° |
| | Filtre presse | | | |
| | Rejet affinage | | | |



Figure 37 : Attaque chimique par l'eau régale (Statique)



Figure 38 : Attaque chimique par l'eau régale (Dynamique)



Figure 39 : Attaque chimique par l'hypochlorite de sodium (Dynamique)

4.2.3 Caractérisation chimique des solutions par spectrométrie d'absorption atomique SAA

La spectrométrie d'absorption atomique permet de quantifier les éléments métalliques en solutions. Chaque élément a un nombre spécifique d'électrons associés à son noyau. La configuration orbitale normale et la plus stable des électrons est appelée état de base. Lorsque qu'une énergie est fournie à un atome, ce dernier l'absorbe et adopte une configuration électronique appelée état d'excitation. Cet état est instable et l'atome retourne immédiatement à son état de base libérant ainsi une énergie lumineuse.

Lors du procédé d'absorption atomique, l'énergie fournie à l'atome provient d'une source lumineuse appelée lampe à cathode creuse. L'atome dans son état de base absorbe l'énergie lumineuse à une longueur d'onde spécifique et passe à un état d'excitation. Un détecteur mesure la quantité de lumière absorbée et un signal électronique est produit en fonction de l'intensité lumineuse. Ce signal est traité et la quantité d'analyte dans l'échantillon est déterminée en fonction de l'absorbance mesurée.

Le contact entre les atomes et la source lumineuse est assuré par la cellule d'absorption. La cellule d'absorption est en fait une flamme générée par la combustion d'acétylène en présence d'oxygène. L'échantillon à analyser est aspiré par l'appareil et transformé en aérosol. La flamme atomise ensuite les éléments contenus dans l'aérosol et les place en travers du faisceau de la lampe à cathode creuse.

La lampe à cathode creuse émet le spectre lumineux spécifique à l'élément analysé. La cathode et l'anode de la lampe sont composées uniquement de l'élément dont le spectre lumineux doit être produit. Un potentiel électrique est appliqué entre l'anode et la cathode, ce qui a pour effet d'ioniser le gaz contenu dans la lampe. Les ions de gaz vont ensuite entrer en collision avec la cathode, ce qui déloge des atomes métalliques. Ces atomes vont aussi entrer en collision avec les ions de gaz ce qui les fait passer à un état d'excitation. Ils retournent aussitôt à leur état de base ce qui produit l'énergie lumineuse désirée (Laboratoire du département de génie civil, université Laval)



Figure 40 : Spectromètre d'absorption atomique Agilent Technologies 200 Série AA (Laboratoire CRAPC)

Conclusion

L'analyse des rejets nécessite l'association de plusieurs techniques physiques, chimiques, physico-chimiques et minéralogique pour avoir des informations complémentaires pour identifier la nature et la structure des résidus.

La caractérisation est faite en amont et en aval pour pouvoir comparer et déterminer l'efficacité des méthodes de traitement utilisées dans l'étude.

Chapitre III

Résultats et interprétations

Introduction

Ce chapitre présente tous les résultats des essais réalisés sur les rejets de l'ENOR et de l'AGENOR. Plusieurs paramètres physico-chimiques ont été étudiés tels que : le pH, teneur en eau, masse volumique, teneur en eau, surface spécifique et l'analyse granulométrique. Des caractérisations minéralogiques (DRX et spectroscopie RAMAN), et chimiques (XRF).

On a effectué des essais et des méthodes pour la dépollution, c'est-à-dire, la désulfuration par flottation et la décyanuration, et autres pour la valorisation, on cite la séparation gravimétrique et les attaques chimiques.

1 Caractérisation des échantillons avant traitement

1.1 Caractérisation physico-chimique

1.1.1 pH

Tableau 14 : Mesure de pH des différents échantillons

| Essai | 1 | 2 | 3 | Moyenne |
|-----------|------|-------|-------|---------|
| pH (RC19) | 8,07 | 8,14 | 8,07 | 8,09 |
| pH (RC20) | 9,89 | 10,03 | 10,14 | 10,02 |
| pH (CA) | 9,9 | 9,91 | 9,92 | 9,91 |

Le pH s'exprime selon une échelle logarithmique de 0 à 14 qui est un nombre sans dimension. Le pH des échantillons est compris entre 7 et 14, donc tous les sols sont dits alcalins mais à différents degrés.

Tableau 15 : Interprétation des mesures de pH (Calvet & Villemin, 1986)

| Essai | Valeurs mesurées | Valeurs de comparaison | Interprétation |
|-----------|------------------|------------------------|------------------------|
| pH (RC19) | 8,09 | 7,9 à 8,4 | Moyennement alcalin |
| pH (RC20) | 10,02 | >9,1 | Très fortement alcalin |
| pH (CA) | 9,91 | >9,2 | Très fortement alcalin |

Les pH sont supérieurs à 7 puisqu'un traitement par l'ajout de la soude (NaOH) a été effectué dans l'étape qui précède l'électrolyse au cours de processus d'affinage de l'or afin de minimiser le risque de la toxicité des cyanures en sachant que la température dépassait les 80°C. On remarque que le pH de l'échantillon RC19 est 8,09 mais le pH de l'échantillon RC20 est 10,02 ; on peut conclure que les rejets de l'année 2019 sont plus polluants et ont plus de risques environnementaux.

1.1.2 Teneur en eau

Tableau 16 : Valeurs des teneurs en eau des trois échantillons de l'étude

| | Masse vide (g) | Masse remplie avant (g) | Masse remplie Après (g) | Masse humide (g) | Masse sèche (g) | Masse d'eau (g) | Teneur en eau | Moyenne (%) |
|--------------|----------------|-------------------------|-------------------------|------------------|-----------------|-----------------|---------------|-------------|
| RC19 | | | | | | | | |
| Essai 1 | 19,47 | 24,47 | 24,43 | 5 | 4,96 | 0,04 | 0,81% | 0,42% |
| Essai 2 | 20,16 | 30,16 | 30,14 | 10 | 9,98 | 0,02 | 0,20% | |
| Essai 3 | 21,08 | 36,08 | 36,04 | 15 | 14,96 | 0,04 | 0,27% | |
| RC 20 | | | | | | | | |
| Essai 1 | 23,27 | 36,76 | 33,35 | 13,49 | 10,08 | 3,41 | 33,829% | 28,09% |
| Essai 2 | 19,53 | 29,49 | 27,42 | 9,96 | 7,89 | 2,07 | 26,236% | |
| Essai 3 | 20,16 | 35,92 | 32,85 | 15,76 | 12,69 | 3,07 | 24,192% | |
| CA | | | | | | | | |
| Essai 1 | 24,18 | 35,52 | 35,2 | 11,34 | 11,02 | 0,32 | 2,904% | 2,44% |
| Essai 2 | 21,1 | 34,05 | 33,72 | 12,95 | 12,62 | 0,33 | 2,615% | |
| Essai 3 | 23,65 | 35 | 34,8 | 11,35 | 11,15 | 0,2 | 1,794% | |

On remarque que la teneur en eau de l'échantillon RC19 est tellement proche de 0%, donc le sol est considéré sec, puisqu'il a été mis à l'air libre pendant une année entière. Contrairement à l'échantillon RC20 est égale à 28% et a été fraîchement prélevé de la zone de décharge qui est à la base un rejet de pulpe (mine Amesmassa). Par rapport à l'échantillon CA, sa teneur en eau est de 2,44% à cause de son exposition au soleil dans la zone réservée au stockage des rejets.

1.1.3 Masse volumique

Tableau 17 Valeurs de la masse volumique apparente des trois échantillons de l'étude

| Essai | Masse (g) | Volume (ml) | Masse volumique (kg/l) |
|-----------|-----------|-------------|------------------------|
| pH (RC19) | 311 | 320 | 0,97 |
| pH (RC20) | 307 | 320 | 0,96 |
| pH (CA) | 305 | 320 | 0,95 |

Tableau 18 : Valeurs de la masse volumique absolue des trois échantillons de l'étude

| | M1 (g) | M2 (g) | M3 (g) | M (g) | V (ml) | V ₁ (ml) | Masse volumique (kg/l) | Moyenne (g) |
|-------------|--------|--------|--------|-------|--------|---------------------|------------------------|-------------|
| RC19 | | | | | | | | |
| E1 | 31,05 | 38,38 | 89,55 | 7,33 | 51,17 | 3,83 | 1,91 | 1,82 |
| E2 | 31,5 | 39,24 | 90,15 | 7,74 | 50,91 | 4,09 | 1,89 | |
| E3 | 31,46 | 40,87 | 90,16 | 9,41 | 49,29 | 5,71 | 1,65 | |
| RC20 | | | | | | | | |
| E1 | 30,76 | 40,19 | 91,34 | 9,43 | 51,15 | 3,85 | 2,45 | 2,16 |
| E2 | 30,93 | 38,41 | 90,25 | 7,48 | 51,84 | 3,16 | 2,37 | |
| E3 | 31,05 | 39,18 | 89,32 | 8,13 | 50,14 | 4,86 | 1,67 | |
| CA | | | | | | | | |
| E1 | 31,04 | 48,06 | 92,86 | 17,02 | 44,8 | 10,2 | 1,67 | 1,62 |
| E2 | 30,72 | 43,39 | 90,42 | 12,67 | 47,03 | 7,97 | 1,59 | |
| E3 | 30,95 | 42,2 | 90,11 | 11,25 | 47,91 | 7,09 | 1,59 | |

On remarque que dans tous les résultats de la masse volumique apparente sont proches de 1, en revanche, la masse volumique absolue est toujours plus grande que l'apparente et cela est dû à la prise en considération des pores.

1.1.4 Porosité

Tableau 19 : Valeurs de la masse volumique apparente des trois échantillons de l'étude

| Essai | Volume du solide (ml) | Volume d'eau de saturation (ml) | Porosité |
|-------|-----------------------|---------------------------------|----------|
| RC19 | 40 | 10 | 0,20 |
| RC20 | 40 | 11 | 0,22 |
| CA | 40 | 13 | 0,25 |

Les valeurs du tableau ci-dessus nous permettent de l'importance des vides compris dans un sol, et puisque nos valeurs varient de 0,20 à 0,25 on peut dire que les sols sont des sables.

1.1.5 Essai au bleu de méthylène

Tableau 20 : Paramètres de l'essai au bleu de méthylène

| Rejets | V _i (ml) | V _b | CEC (meq/g) | S _s (m ² /g) |
|--------|---------------------|----------------|-------------|------------------------------------|
| RC19 | 25 | 0,2083 | 0,0006 | 4,3542 |
| RC20 | 20 | 0,1667 | 0,0004 | 3,4833 |
| CA | 305 | 2,5417 | 0,0068 | 53,1208 |

D'après le Guide des Terrassements Routiers (GTR 92), le V_b des deux types de rejets cyanurés (RC19 & RC20) est compris entre 0,2 et 1,5 ; donc les deux sols sont des sols limoneux sensible à l'eau. Par contre le V_b du charbon actif (CA) est compris entre 2,5 et 6, ce qui nous mène à dire que le sol est limoneux de plasticité moyenne.

En se basant sur l'étude de Laribi et al, on arrive aux deux conclusions suivantes.

La CEC correspond au nombre de cations monovalents qu'il est possible de substituer aux cations compensateurs pour compenser la charge négative, tant que les valeurs de tous les échantillons est inférieure à 1 donc les sols ne contiennent pas d'argiles.

La surface spécifique est une des caractéristiques les plus importantes des sols, elle donne une idée plutôt claire sur la surface de contact du minéral pour les différentes attaques chimiques, plus les particules sont fines plus la surface spécifique est importante. La valeur de la S_s des deux rejets cyanurés est en moyenne 3,8 m²/g et elle est plus importante pour le charbon actif soit 53,1 m²/g.

1.1.6 Analyse granulométrique

Tableau 21 : Analyse granulométrique des RC19

| Diamètre (mm) | Refus (g) | Refus cumulé (g) | Refus cumulé (%) | Tamisât cumulé (%) |
|---------------|-----------|------------------|------------------|--------------------|
| >1 | 3,57 | 3,57 | 0,60% | 99,40% |
| - 1 +0,8 | 0,9 | 4,47 | 0,75% | 99,25% |
| -0,8 +0,63 | 8,83 | 13,3 | 2,24% | 97,76% |
| - 0,63 + 0,5 | 0,4 | 13,7 | 2,31% | 97,69% |
| - 0,5 +0,315 | 1,66 | 15,36 | 2,59% | 97,41% |
| -0,315 +0,2 | 1,21 | 16,57 | 2,80% | 97,20% |
| - 0,2 +0,16 | 40,67 | 57,24 | 9,66% | 90,34% |
| - 0,16 +0,1 | 18,87 | 76,11 | 12,84% | 87,16% |
| - 0,1 +0,08 | 50,89 | 127 | 21,43% | 78,57% |
| - 0,08 +0,063 | 142,44 | 269,44 | 45,46% | 54,54% |
| - 0,063 +0,05 | 306,98 | 576,42 | 97,26% | 2,74% |
| - 0,05 +0,04 | 16,24 | 592,66 | 100,00% | 0,00% |
| <0,04 | 0 | 592,66 | 100,00% | 0,00% |
| Total | 592,66 | | | |

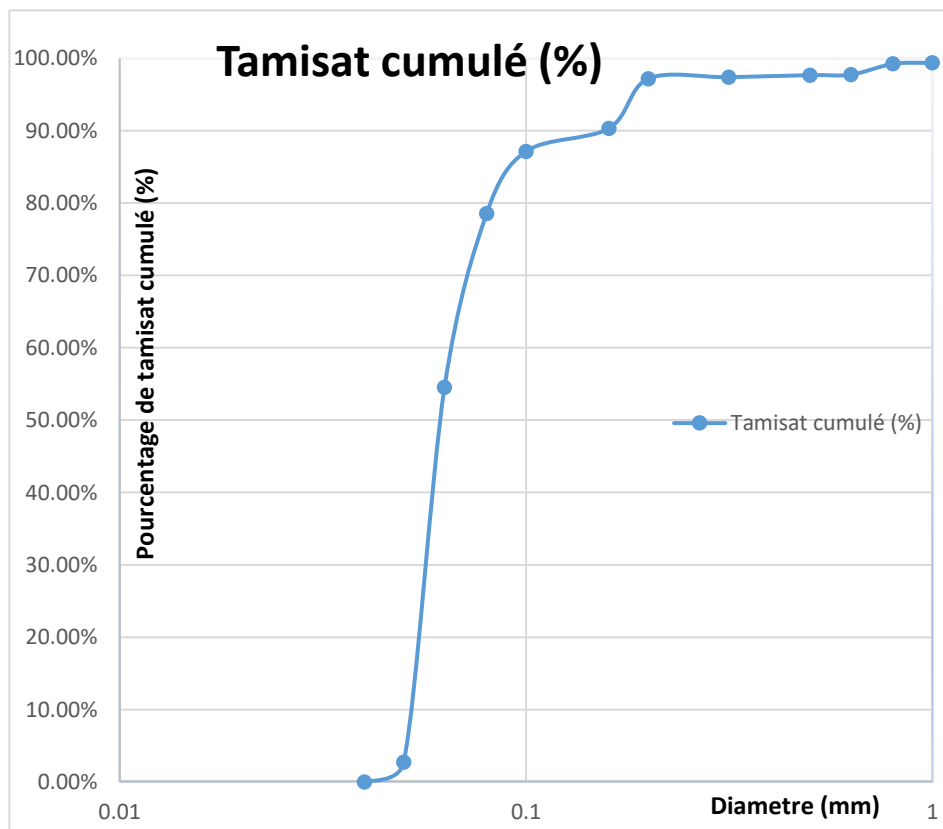


Figure 41 : Analyse granulométrique des RC19

Tableau 22 : Analyse granulométrique des RC20

| Diamètre (mm) | Refus (g) | Refus cumulé (g) | Refus cumulé (%) | Tamisat cumulé(%) |
|---------------|-----------|------------------|------------------|-------------------|
| >1 | 2,4 | 2,4 | 0,24% | 99,76% |
| - 1 +0,8 | 2,9 | 5,3 | 0,54% | 99,46% |
| -0,8 +0,63 | 42,3 | 47,6 | 4,81% | 95,19% |
| - 0,63 + 0,5 | 25,5 | 73,1 | 7,38% | 92,62% |
| - 0,5 +0,315 | 84,8 | 157,9 | 15,94% | 84,06% |
| -0,315 +0,2 | 32,8 | 190,7 | 19,26% | 80,74% |
| - 0,2 +0,16 | 637 | 827,7 | 83,58% | 16,42% |
| - 0,16 +0,1 | 102,7 | 930,4 | 93,95% | 6,05% |
| - 0,1 +0,08 | 45,9 | 976,3 | 98,58% | 1,42% |
| - 0,08 +0,063 | 12,3 | 988,6 | 99,82% | 0,18% |
| - 0,063 +0,05 | 1,6 | 990,2 | 99,98% | 0,02% |
| - 0,05 +0,04 | 0,16 | 990,36 | 100,00% | 0,00% |
| <0,04 | 0 | 990,36 | 100,00% | 0,00% |
| Total | 990,36 | | | |

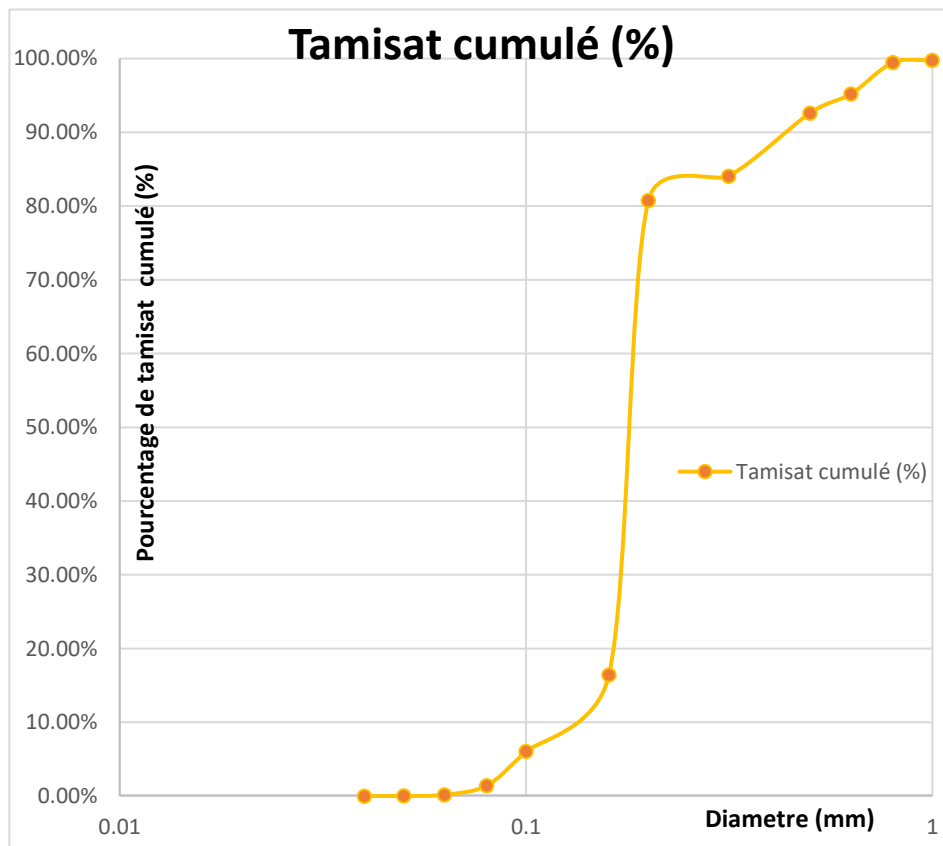


Figure 42 : Analyse granulométrique des RC20

Tableau 23 : Analyse granulométrique des CA

| Diamètre (mm) | Refus (g) | Refus cumulé (g) | Refus cumulé (%) | Tamisat cumulé(%) |
|---------------|-----------|------------------|------------------|-------------------|
| >1 | 0,5 | 0,5 | 0,05% | 99,95% |
| - 1 +0,8 | 0,4 | 0,9 | 0,09% | 99,91% |
| -0,8 +0,63 | 8 | 8,9 | 0,90% | 99,10% |
| - 0,63 + 0,5 | 47,8 | 56,7 | 5,72% | 94,28% |
| - 0,5 +0,315 | 99 | 155,7 | 15,72% | 84,28% |
| -0,315 +0,2 | 94,3 | 250 | 25,24% | 74,76% |
| - 0,2 +0,16 | 91 | 341 | 34,43% | 65,57% |
| - 0,16 +0,1 | 173,5 | 514,5 | 51,94% | 48,06% |
| - 0,1 +0,08 | 111,3 | 625,8 | 63,18% | 36,82% |
| - 0,08 +0,063 | 121,7 | 747,5 | 75,47% | 24,53% |
| - 0,063 +0,05 | 161,9 | 909,4 | 91,81% | 8,19% |
| - 0,05 +0,04 | 71,5 | 980,9 | 99,03% | 0,97% |
| <0,04 | 9,6 | 990,5 | 100,00% | 0,00% |
| Total | 990,5 | | | |

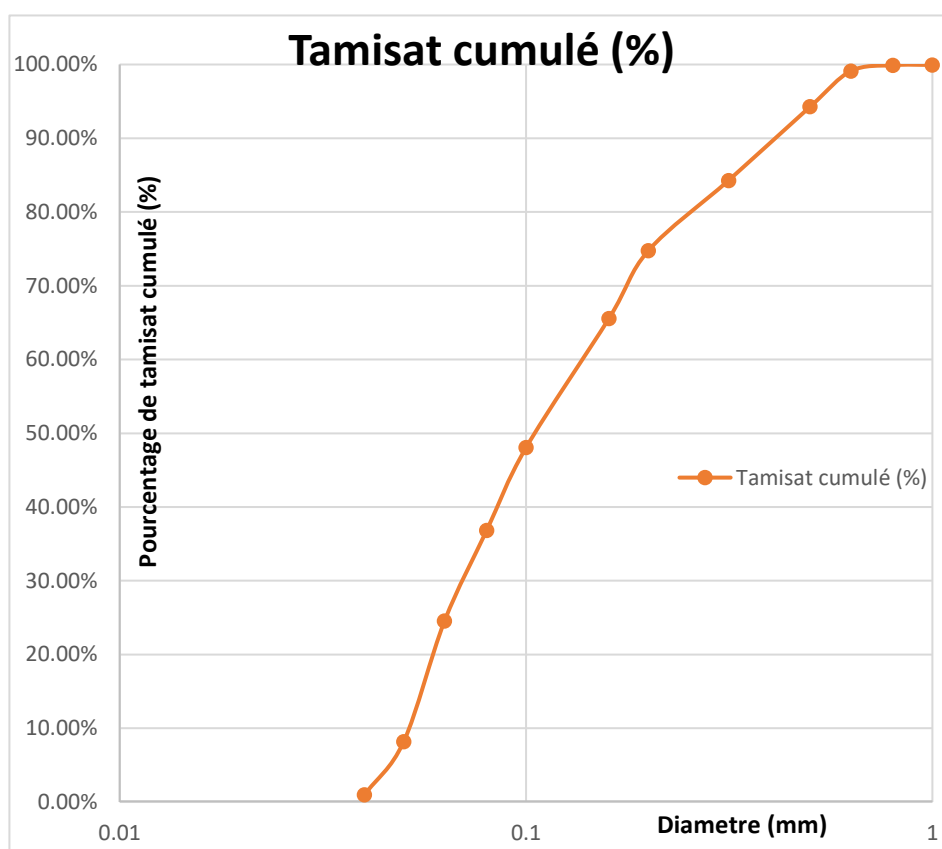


Figure 43 : Analyse granulométrique des CA

L'échantillon utilisé pour cette analyse de masse 600 g pour le type RC19 et de 1000 g pour les deux types RC20 et CA. Cette opération permet de connaître la masse des refus cumulés aux différents niveaux de la colonne de tamis.

Les résultats de cette analyse montrent que la grande partie de la quantité totale de l'échantillon est étudiée, appartient à la classe granulométrique [0,05 ; 0,063] pour le type RC19 et [0,1 ; 0,2] pour le type RC20 et [0,05 ; 0,1] pour le type CA.

Afin d'étudier la répartition des différents grains des échantillons et pouvoir les classer, on fait appel aux calculs de coefficient d'uniformité ; et coefficient de courbure qui vient compléter les résultats de la classification des sols.

Tableau 24 : Coefficient d'uniformité et de courbure des trois types d'échantillons

| | D ₁₀ | D ₃₀ | D ₆₀ | C _u | C _c |
|------|-----------------|-----------------|-----------------|----------------|----------------|
| RC19 | 0,0518 | 0,0568 | 0,0669 | 1,29 | 0,93 |
| RC20 | 0,1229 | 0,1684 | 0,1871 | 1,52 | 1,23 |
| CA | 0,0514 | 0,0706 | 0,1409 | 2,74 | 0,69 |

Tableau 25 : Interprétation de la granulométrie des trois types d'échantillons

| | C _u | Interprétation | C _c | Interprétation |
|------|----------------|-----------------------------|----------------|-----------------------------------|
| RC19 | 1,29 | La granulométrie est serrée | 0,93 | La granulométrie est mal graduée |
| RC20 | 1,52 | La granulométrie est serrée | 1,23 | La granulométrie est bien graduée |
| CA | 2,74 | La granulométrie est étalée | 0,69 | La granulométrie est mal graduée |

Cette analyse granulométrique permet de définir diverses classes de matériaux indépendamment de leur nature chimique. Les échantillons de l'étude correspondent à l'intervalle [0,2mm ; 2mm] qui sont dits sables grossiers (Norme française NF P18-560).

D'autres définitions en découlent également, par exemple celle des *sols grenus* qui comportent plus de 50 % d'éléments de granulométrie supérieure à 80 µm. Ils se divisent alors en deux familles :

- *Graves* si plus de 50 % des éléments > 80 µm ont un diamètre > 2 mm ;
- *Sables* si plus de 50 % des éléments > 80 µm ont un diamètre < 2 mm.

Les trois échantillons correspondent bien évidemment à la famille des sables.

On remarque également que les deux graphes des échantillons RC19 et RC20 présentent une discontinuité sur les deux intervalles [0,05mm ; 0,063mm] et [0,16 ; 0,02] respectivement. Tandis que le graphe de l'échantillon CA est parfaitement continu.

1.2 Caractérisation minéralogique

1.2.1 Diffraction de Rayons X (DRX)

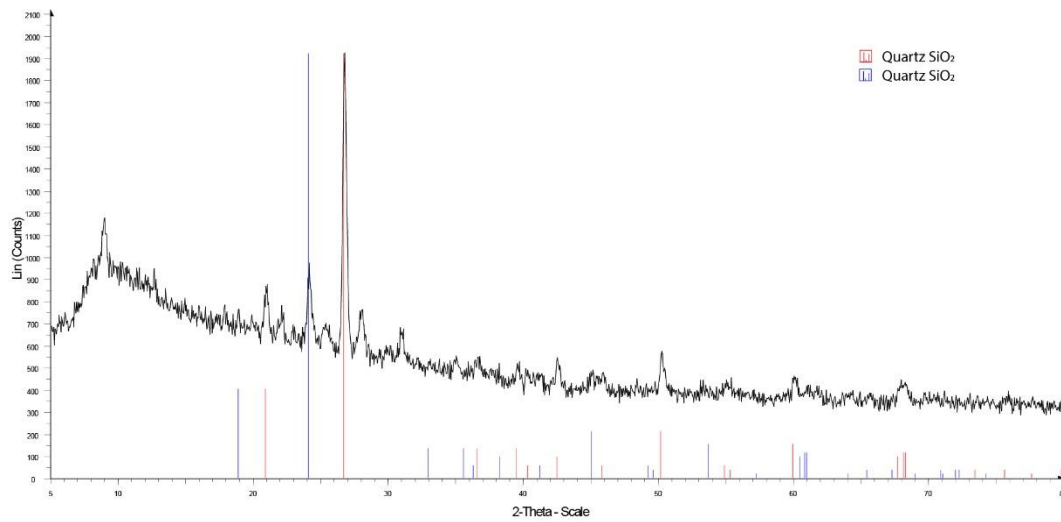


Figure 44 : Spectre de DRX de l'échantillon RC19

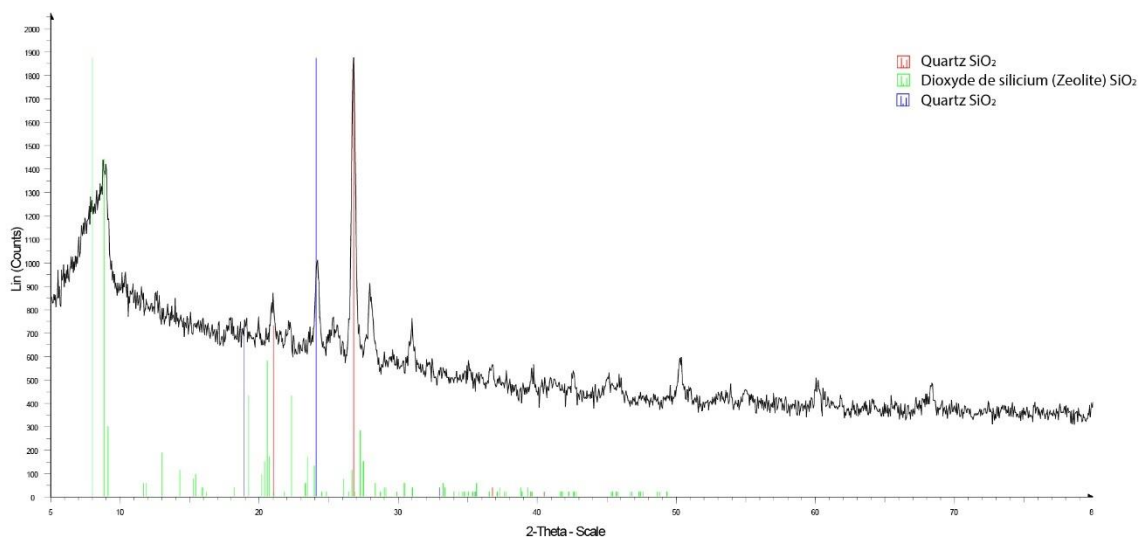


Figure 45 : Spectre de DRX de l'échantillon RC20

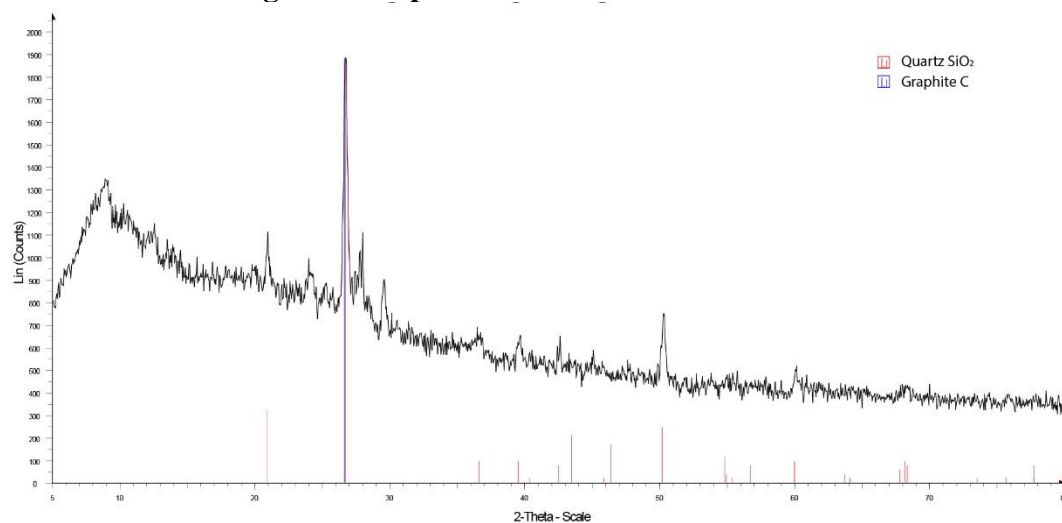


Figure 46 : Spectre de DRX de l'échantillon CA

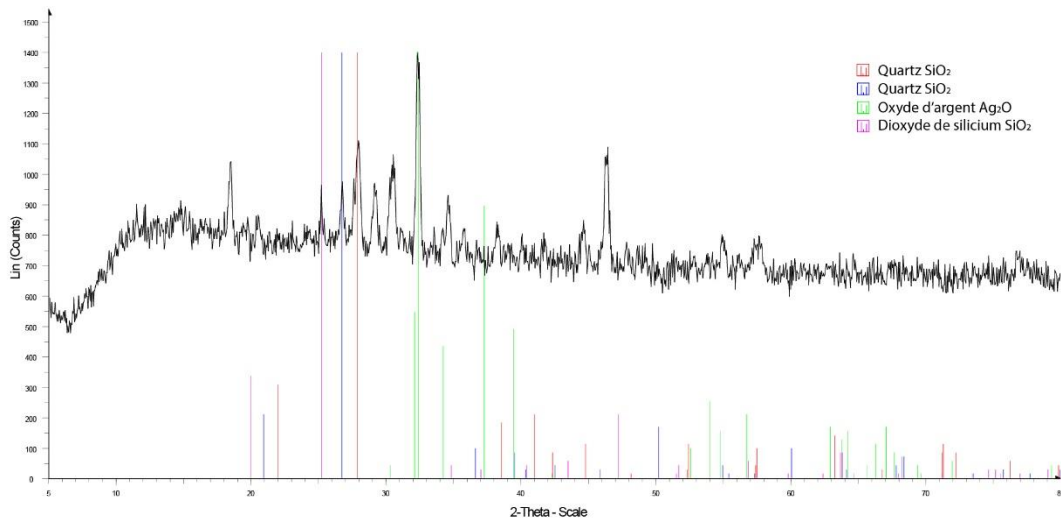


Figure 47 : Spectre de DRX de l'échantillon Rejet Affinage

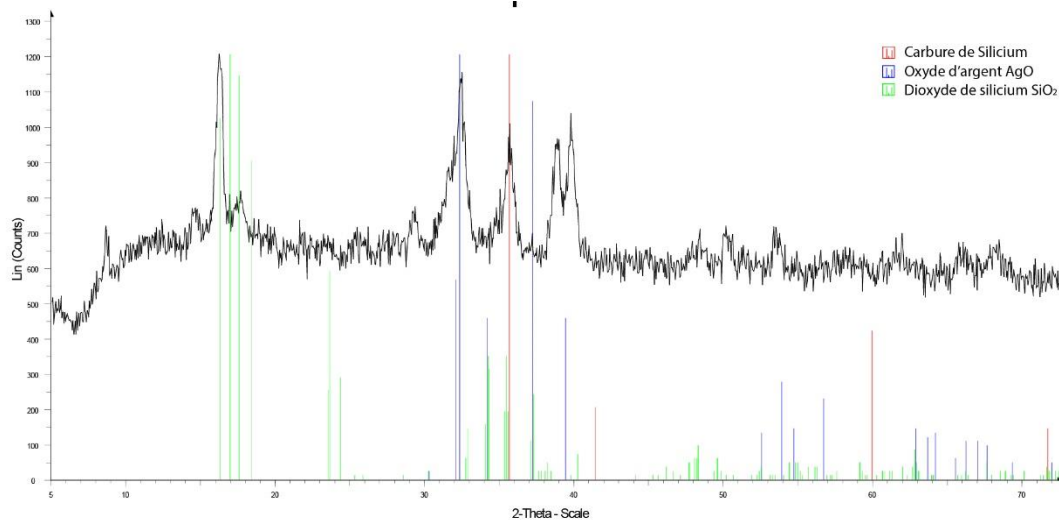


Figure 48 : Spectre de DRX de l'échantillon Filtre Presse

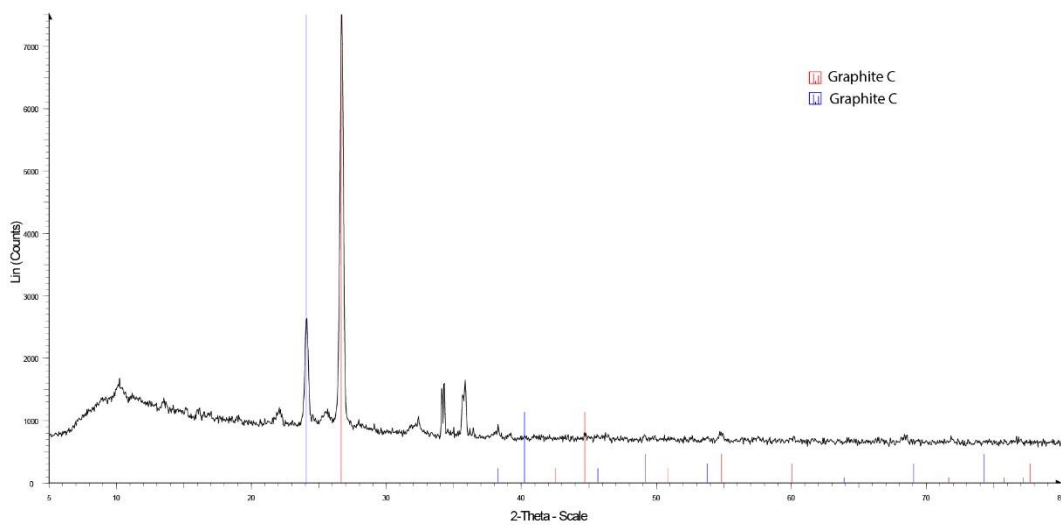


Figure 49 : Spectre de DRX de l'échantillon Graphite

En étudiant le spectre de DRX obtenu pour les rejets cyanurés de Amesmassa (RC19 & RC20), on distingue deux types de signaux pour le premier et trois types pour le deuxième qui reviennent tous au quartz qui est une espèce minérale du groupe des silicates, sous-groupe des tectosilicates, composé de dioxyde de silicium, ou silice, de formule chimique SiO_2 issu de la roche réservoir du minerai aurifère.

Pour le spectre DRX du charbon actif, il présente deux éléments, la silice et le graphite (Carbone) qui est le constituant essentiel du matériau.

En examinant le spectre de diffraction par RX des types Rejet d'affinage et le filtre presse, on observe l'existence de la silice toujours ainsi que l'oxyde d'argent qui est un composé minéral de formule Ag_2O qui a été obtenu en mélangeant des solutions aqueuses de nitrate d'argent et d'hydroxyde alcalin employé pour la séparation de l'argent et de l'or au niveau d'AGENOR.

Pour le rejet de graphite, on remarque un spectre de diffraction des RX qui présente pratiquement un pique clair représentant l'élément même, le graphite. Le rejet à été pris des déchets de broyage de tous les creusets (fait par le graphite) de fusion le long du processus d'affinage d'or.

1.2.2 Spectroscopie RAMAN

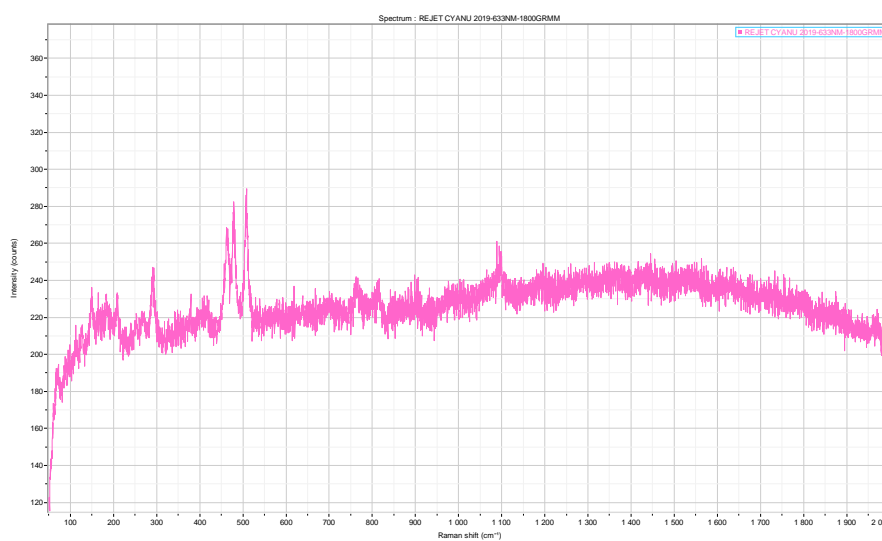


Figure 50 : Spectre de RAMAN de l'échantillon RC19

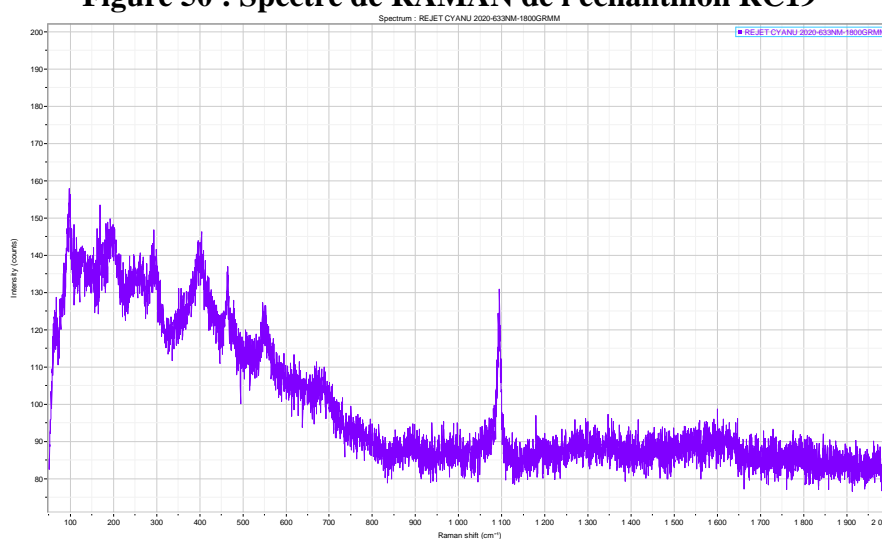


Figure 51 : Spectre de RAMAN de l'échantillon RC20

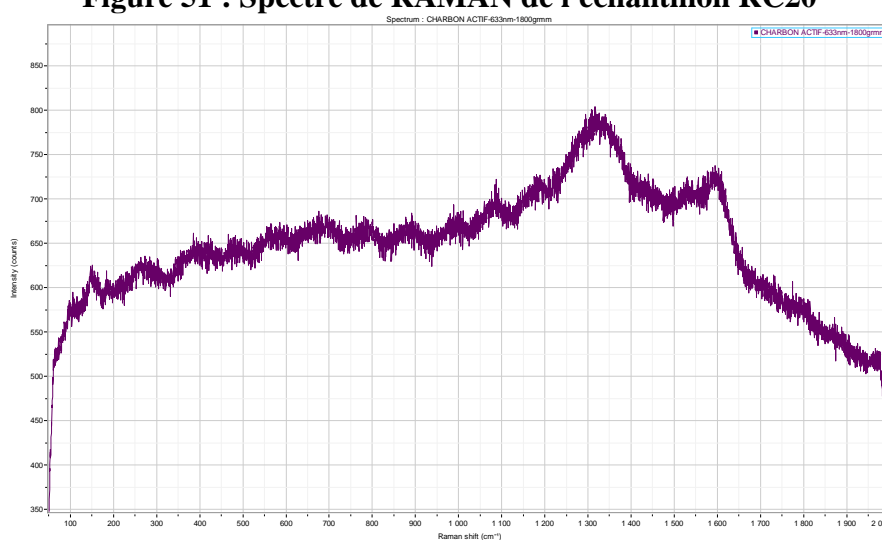


Figure 52 : Spectre de RAMAN de l'échantillon CA

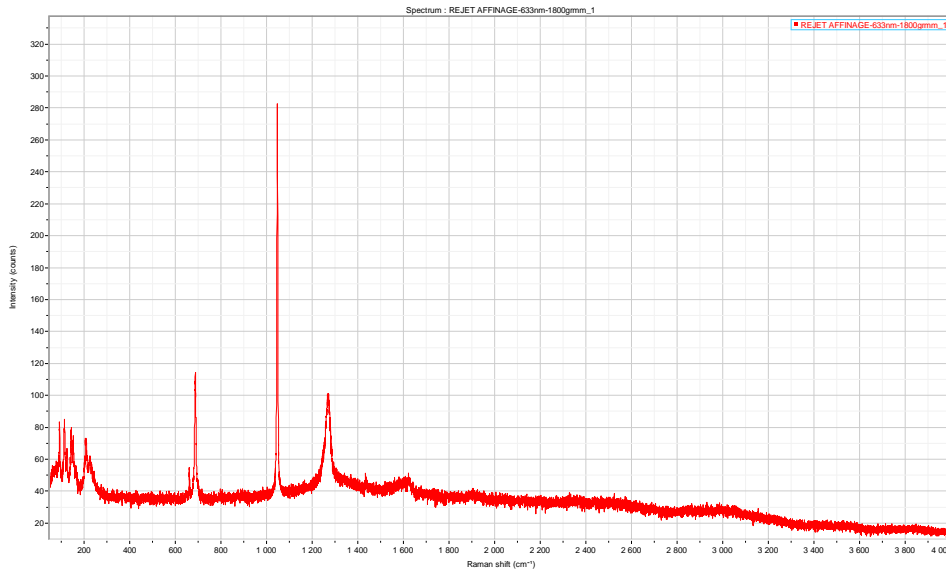


Figure 53 : Spectre de RAMAN de l'échantillon Rejet Affinage

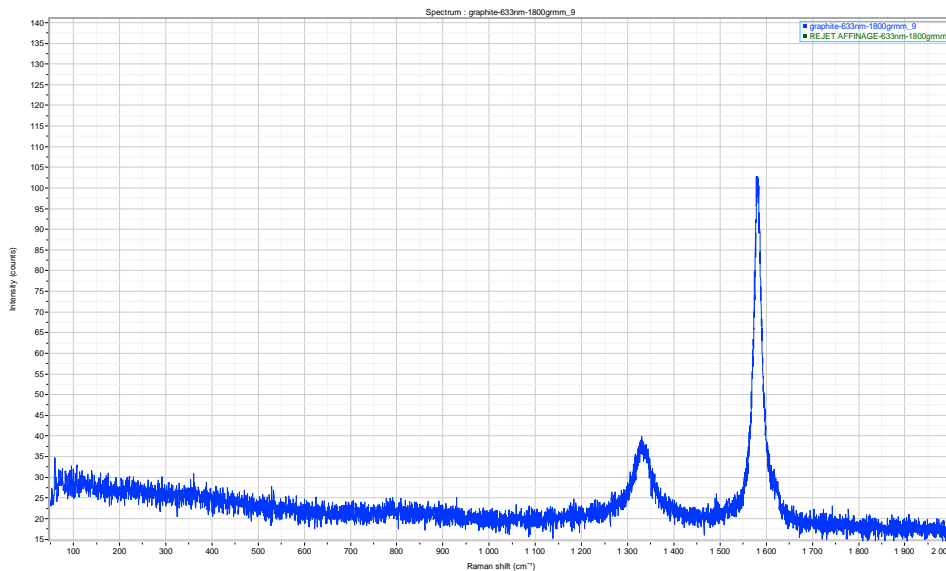
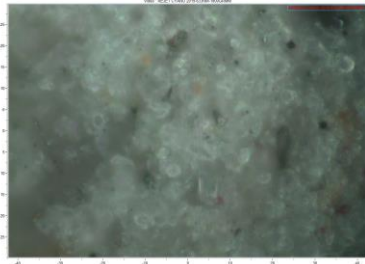
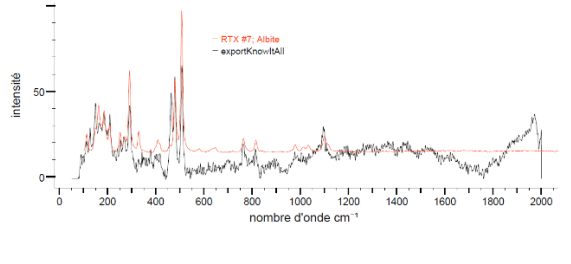
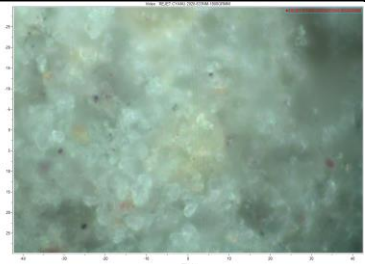
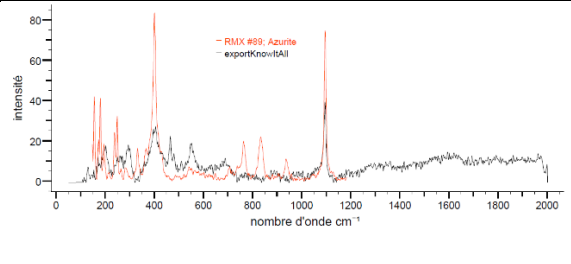
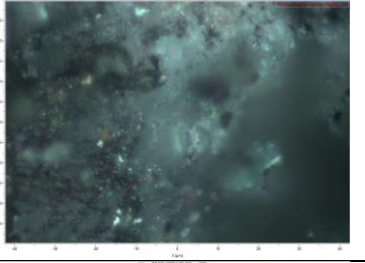
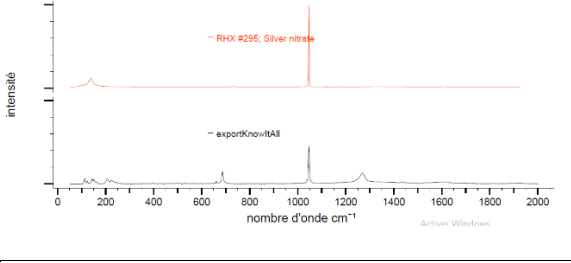
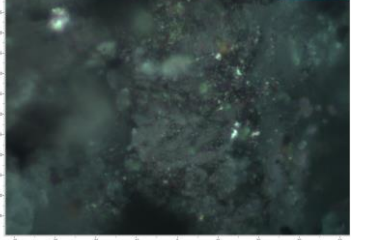
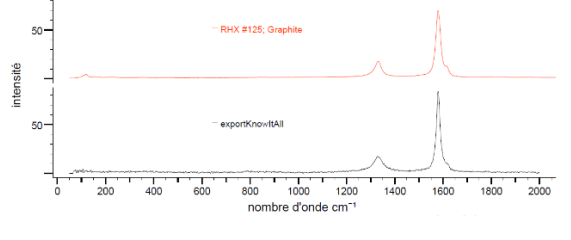


Figure 54 : Spectre de RAMAN de l'échantillon Graphite

La spectroscopie RAMAN a été faite dans le but de compléter les résultats de la DRX, on remarque une similarité au niveau des éléments détectés. Par exemple le carbone est toujours présent dans l'échantillon du graphite, et le rejet d'affinage présente le nitrate d'argent qui est un composé inorganique dont la formule brute est AgNO_3 utilisé pour l'extraction et l'aide de la précipitation de l'argent métallique.

Dans l'autre côté, de nouveaux éléments ont été détectés pour le RC19 qui est l'Albite, un minéral de la famille des feldspaths du même groupe de la silice qui se trouve aussi associé au quartz, de formule $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$. Pour le RC20, on a détecté l'azurite, un minéral composé de carbonate de cuivre hydraté, de formule $\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$.

Tableau 26 Interprétation des résultats de spectroscopie RAMAN

| Types de Rejet | Image de l'échantillon | Spectre de l'échantillon |
|-----------------|---|--|
| RC19 |  |  |
| RC20 |  |  |
| Rejet Affichage |  |  |
| Graphite |  |  |

La composition minéralogique du gisement d'Amesmesa est rapporté au type quartz aurifère sulfuré. Ce gisement est formé dans des conditions de température haute à moyenne. Les faits plaidant pour cette hypothèse sont les suivants : or fin, altération hydrothermale de moyenne température des roches encaissantes (séricitisation, feldspathisation), associations para génétiques des différents minéraux métalliques (pyrite, chalcopyrite, galène...).

1.3 Caractérisation chimique

1.3.1 Spectrométrie par fluorescence X

Tableau 27 : Pourcentage des éléments métalliques présents dans les échantillons de l'étude

| | Types | Cd | Ag | Rh | Pb | Zn | Cu | Ni | Fe | Ti | Au |
|--------------|----------------|------|-------|------|--------|-----|--------|-------|--------|------|-------|
| Rejet ENOR | RC20 | 2,06 | 2,00 | - | - | - | - | - | 79,63 | 3,08 | 0,14 |
| | RC19 | 1,97 | 1,79 | - | - | - | - | - | 80,64 | 3,04 | < LOD |
| | CA | 2,68 | - | 2,67 | - | - | - | - | 73,73 | 4,99 | 0,84 |
| Rejet AGENOR | Graphite | - | 44,45 | - | 2,97 | - | 1,994 | - | 41,73 | - | 0,51 |
| | Filtre presse | - | - | - | 5,09 | 3,0 | 86,153 | 3,551 | - | - | < LOD |
| | Rejet affinage | - | 62,88 | - | 10,502 | - | 6,387 | - | 14,431 | - | 0,79 |

La spectroscopie par fluorescence X a montré que les échantillons prélevés de la mine de Amesmassa sont riches en fer qui présente plus de 70% du pourcentage total des éléments métalliques de l'échantillon et ce dû à la présence de la pyrite qui est une espèce minérale composée de disulfure de fer (FeS_2) et de la chalcopryrite, une espèce minérale composée de sulfure double, de cuivre et de fer, de formule CuFeS_2 . Pour les rejets de l'ENOR, on observe que le fer et l'argent sont à un taux élevé (plus de 40%) dans le graphite et environ 62% d'argent et 14% dans le rejet d'affinage. Mais le filtre presse montre un pourcentage de 86% de cuivre et 5% de plomb.

Le cadmium et le nickel ne dépassent pas les 4%, ils sont considérés des éléments traces. L'élément Au (l'or) est considéré comme trace aussi est présent dans tous les rejets sauf le RC19 et le filtre presse.

2 Description des essais

2.1 Dépollution

2.1.1 Désulfuration

Tableau 28 : Rendement des produits de flottation de l'échantillon RC19

| | | Concentration du collecteur (g/t) | Flottation principale | | Flottation de contrôle | | | |
|-----|------------|-----------------------------------|-----------------------|---------------|------------------------|---------------|-----------|---------------|
| | | | Concentré | | Concentré | | Rejet | |
| | | | Masse (g) | Rendement (%) | Masse (g) | Rendement (%) | Masse (g) | Rendement (%) |
| E 1 | pH naturel | 200/200 | 92 | 24,53% | 0 | 0,00% | 283 | 75,47% |
| E 2 | | 200 /200 | 80 | 21,33% | 43 | 11,47% | 252 | 67,20% |
| E 3 | | 400/300 | 61 | 16,27% | 42 | 11,20% | 272 | 72,53% |
| E 4 | | 600/400 | 78 | 20,80% | 59 | 15,73% | 238 | 63,47% |
| E 5 | pH 10 | 200 /200 | 124 | 33,07% | 55 | 14,67% | 196 | 52,27% |
| E 6 | | 400/300 | 100 | 26,67% | 61 | 16,27% | 214 | 57,07% |
| E 7 | | 600/400 | 95 | 25,33% | 45 | 12,00% | 235 | 62,67% |

Tableau 29 : Rendement des produits de flottation de l'échantillon RC20

| | | Concentration du collecteur (g/t) | Flottation principale | | Flottation de contrôle | | | |
|-----|------------|-----------------------------------|-----------------------|---------------|------------------------|---------------|-----------|---------------|
| | | | Concentré | | Concentré | | Rejet | |
| | | | Masse (g) | Rendement (%) | Masse (g) | Rendement (%) | Masse (g) | Rendement (%) |
| E 1 | pH naturel | 200/200 | 73 | 19,47% | 90 | 24,00% | 212 | 56,53% |
| E 2 | | 200 /200 | 93 | 24,80% | 107 | 28,53% | 175 | 46,67% |
| E 3 | | 400/300 | 58 | 15,47% | 95 | 25,33% | 222 | 59,20% |
| E 4 | | 600/400 | 75 | 20,00% | 92 | 24,53% | 208 | 55,47% |
| E 5 | pH 10 | 200 /200 | 95 | 25,33% | 88 | 23,47% | 192 | 51,20% |
| E 6 | | 400/300 | 136 | 36,27% | 71 | 18,93% | 168 | 44,80% |
| E 7 | | 600/400 | 74 | 19,73% | 74 | 19,73% | 227 | 60,53% |

Tableau 30 : XRF des produits de flottation de l'échantillon RC19

| Types | Ag | Rh | Zn | Cu | Fe | Ti | Au |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|-------|
| Flot 1 (Principale) | - | - | 1,565 | - | 86,229 | 2,592 | < LOD |
| Flot 2 (Principale) | - | - | 1,593 | 1,154 | 88,055 | 1,7 | < LOD |
| Flot 2 (Contrôle) | - | 2,208 | - | 1,626 | 81,938 | 2,642 | < LOD |
| Flot 3 (Principale) | - | 1,298 | 2,352 | - | 86,988 | 1,796 | < LOD |
| Flot 3 (Contrôle) | - | 1,322 | 1,225 | - | 86,21 | 2,447 | < LOD |
| Flot 4 (Principale) | - | - | 1,729 | - | 89,677 | 1,393 | < LOD |
| Flot 4 (Contrôle) | 1,703 | 2,204 | / | - | 81,557 | 3,622 | < LOD |
| Flot 5 (Principale) | - | 1,511 | 1,63 | - | 86,202 | 1,811 | 0,174 |
| Flot 5 (Contrôle) | 1,66 | 2,252 | - | - | 80,906 | 3,09 | < LOD |
| Flot 6 (Principale) | - | - | 1,601 | 1,386 | 86,479 | 2,469 | < LOD |
| Flot 6 (Contrôle) | - | 1,932 | - | - | 82,179 | 3,286 | < LOD |
| Flot 7 (Principale) | - | 1,649 | 1,694 | - | 84,003 | 2,229 | < LOD |
| Flot 7 (Contrôle) | 1,005 | - | - | 1,033 | 88,076 | 2,267 | < LOD |

Tableau 31 : XRF des produits de flottation de l'échantillon RC20

| Types | Ag | Rh | Zn | Cu | Fe | Ti | Au |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|-------|
| Flot 1 (Principale) | - | - | 2,695 | - | 88,35 | 1,149 | < LOD |
| Flot 1 (Contrôle) | - | 2,063 | - | - | 80,581 | 2,914 | < LOD |
| Flot 2 (Principale) | - | 1,368 | 2,502 | 1,566 | 85,506 | - | < LOD |
| Flot 2 (Contrôle) | - | 3,18 | - | - | 80,246 | 3,726 | < LOD |
| Flot 3 (Principale) | 2,381 | - | 1,647 | - | 86,959 | 1,619 | < LOD |
| Flot 3 (Contrôle) | 2,369 | 2,106 | - | - | 81,519 | 4,376 | < LOD |
| Flot 4 (Principale) | - | 1,348 | - | 1,61 | 85,497 | 2,792 | < LOD |
| Flot 4 (Contrôle) | 1,51 | 2,232 | - | - | 82,377 | 3,058 | < LOD |
| Flot 5 (Principale) | - | 1,788 | - | 1,646 | 85,029 | 2,296 | < LOD |
| Flot 5 (Contrôle) | - | 2,583 | - | 1,667 | 81,354 | 3,056 | < LOD |
| Flot 6 (Principale) | - | 1,728 | - | 1,444 | 82,089 | 2,818 | < LOD |
| Flot 6 (Contrôle) | 1,239 | 2,282 | - | - | 82,528 | 3,092 | < LOD |
| Flot 7 (Principale) | - | - | 3,275 | 1,387 | 82,693 | 2,032 | < LOD |
| Flot 7 (Contrôle) | - | 1,821 | - | - | 83,462 | 3 | < LOD |

En visualisant les résultats des tableaux III.32 et III.33, il est clair que le fer (Fe) est l'élément le plus abondant dans tous les concentrés de flottation suivi par le titane (Ti) qui se trouve majoritairement sous forme d'anatase qui accompagne le quartz et le rhodium (Rh), un métal dur et cassant de la catégorie des platinoïdes légers très rare et sa production provient principalement de la récupération au cours de traitement d'autres minerais.

L'élément de l'or (Au) est inférieur à la valeur limite pour tous les concentrés de flottation principale et de contrôle, pour les deux rejets cyanurés (RC19 & RC20)

Tableau 34 : Teneur en fer et taux de récupération de l'échantillon (RC19)

| | | Flottation principale | | | | Flottation de contrôle | | | | Récup Total (%) |
|-----|------------|-----------------------------------|----------|---------------|-----------|-----------------------------------|----------|---------------|-----------|-----------------|
| | | Concentration du collecteur (g/t) | Rend (%) | Teneur Fe (%) | Récup (%) | Concentration du collecteur (g/t) | Rend (%) | Teneur Fe (%) | Récup (%) | |
| E 2 | pH naturel | 200 | 21,33 | 88,06 | 23,59 | 200 | 11,47 | 81,94 | 11,80 | 35,39 |
| E 3 | | 400 | 16,27 | 86,99 | 17,77 | 300 | 11,2 | 86,21 | 12,13 | 29,90 |
| E 4 | | 600 | 20,8 | 89,68 | 23,42 | 400 | 15,73 | 81,56 | 16,11 | 39,54 |
| E 5 | pH 10 | 200 | 33,07 | 86,20 | 35,80 | 200 | 14,67 | 80,91 | 14,91 | 50,70 |
| E 6 | | 400 | 26,67 | 86,48 | 28,96 | 300 | 16,27 | 82,18 | 16,79 | 45,75 |
| E 7 | | 600 | 25,33 | 84,00 | 26,72 | 400 | 12 | 88,08 | 13,27 | 39,99 |

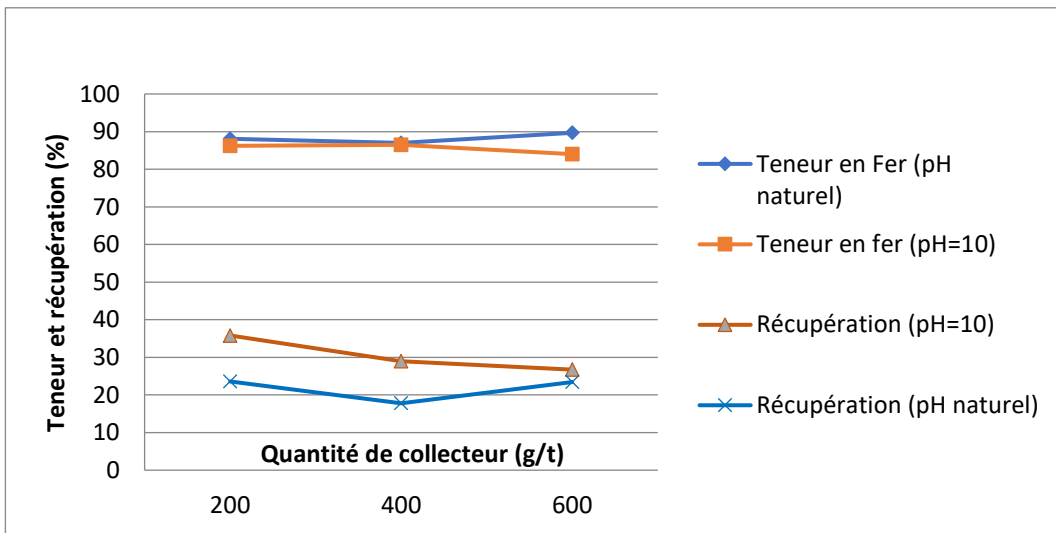


Figure 55 : Teneur en fer et taux de récupération de la flottation principale (RC19)

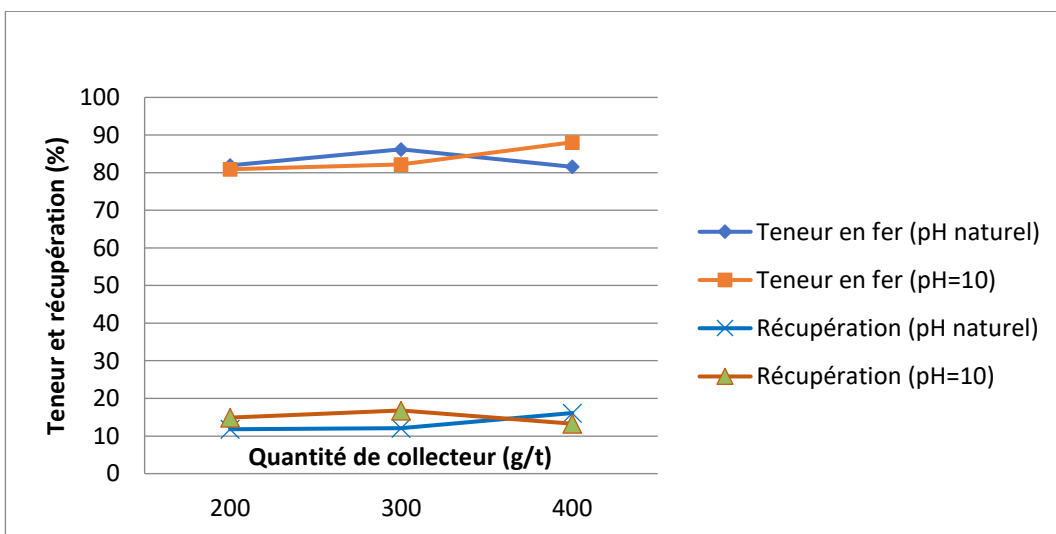


Figure 56 : Teneur en fer et taux de récupération de la flottation de contrôle (RC19)

D'après les résultats obtenus, on peut facilement détecter quelle est la meilleure concentration et le meilleur pH possibles pour de bons résultats.

Pour le pH naturel, la meilleure concentration du collecteur était 600 g/t et qui a donné une teneur de fer très élevée de 89,68% avec un taux de récupération de presque 23%. Pour la flottation de contrôle, le plus grand pourcentage de récupération 16,11% correspondait à 400 g/t d'Xanthates. Donc en total, nous avons obtenu 39,54% de récupération.

Pour le pH = 10, la concentration de 200 g/t a donné de meilleurs résultats, 86,20% de teneur en fer et 35,8% de récupération pour la flottation principale et 14,91% de récupération pour la flottation de contrôle, on remarque que le pourcentage de récupération total qui est égale à 50,70% correspond alors qu'au premier essai (200g/t de xanthate pour la flottation principale et de contrôle).

Par ailleurs, pour la concentration 600 g/t, le taux de fer de la flottation principale (84%) est moins que le taux de la flottation de contrôle (88%) pour une concentration de 400 g/t tandis que la récupération de la flottation principale est le double (13,27% contrairement à 26,72%).

En comparant les résultats du rejet broyé (<100µm) et non broyé, la différence est négligeable car les particules de l'échantillon sont friables, le broyage n'a pas un grand effet.

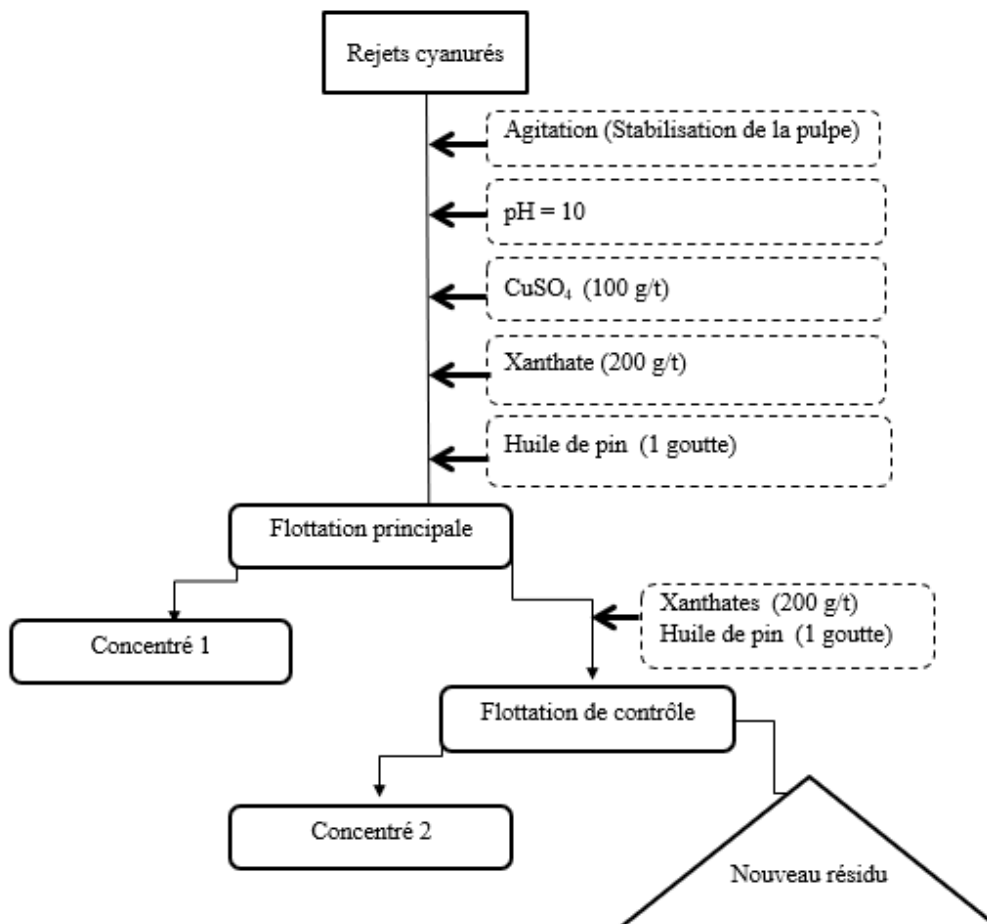


Figure 57 : Flow sheet de la flottation de l'échantillon RC19

Tableau 35 : Teneur en fer et taux de récupération de l'échantillon (RC2°)

| | | Flottation principale | | | | Flottation de contrôle | | | | |
|-----|------------|-----------------------------------|----------|---------------|-----------|-----------------------------------|----------|---------------|-----------|-----------------|
| | | Concentration du collecteur (g/t) | Rend (%) | Teneur Fe (%) | Récup (%) | Concentration du collecteur (g/t) | Rend (%) | Teneur Fe (%) | Récup (%) | Récup Total (%) |
| E 2 | pH naturel | 200 | 24,8 | 85,506 | 26,30 | 200 | 28,53 | 80,246 | 28,39 | 54,69 |
| E 3 | | 400 | 15,47 | 86,959 | 16,68 | 300 | 25,33 | 81,519 | 25,61 | 42,29 |
| E 4 | | 600 | 20 | 85,497 | 21,20 | 400 | 24,53 | 82,377 | 25,06 | 46,26 |
| E 5 | pH 10 | 200 | 25,33 | 85,029 | 26,71 | 200 | 23,47 | 81,354 | 23,68 | 50,39 |
| E 6 | | 400 | 36,27 | 82,089 | 36,92 | 300 | 18,93 | 82,528 | 19,37 | 56,29 |
| E 7 | | 600 | 19,73 | 82,693 | 20,23 | 400 | 19,73 | 83,462 | 20,42 | 40,65 |

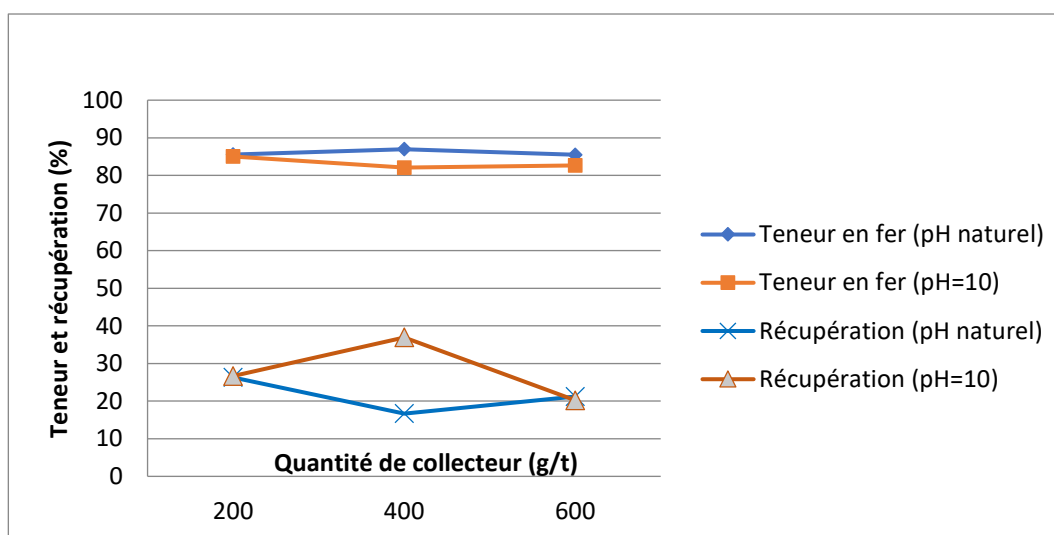


Figure 58 : Teneur en fer et taux de récupération de la flottation principale (RC20)

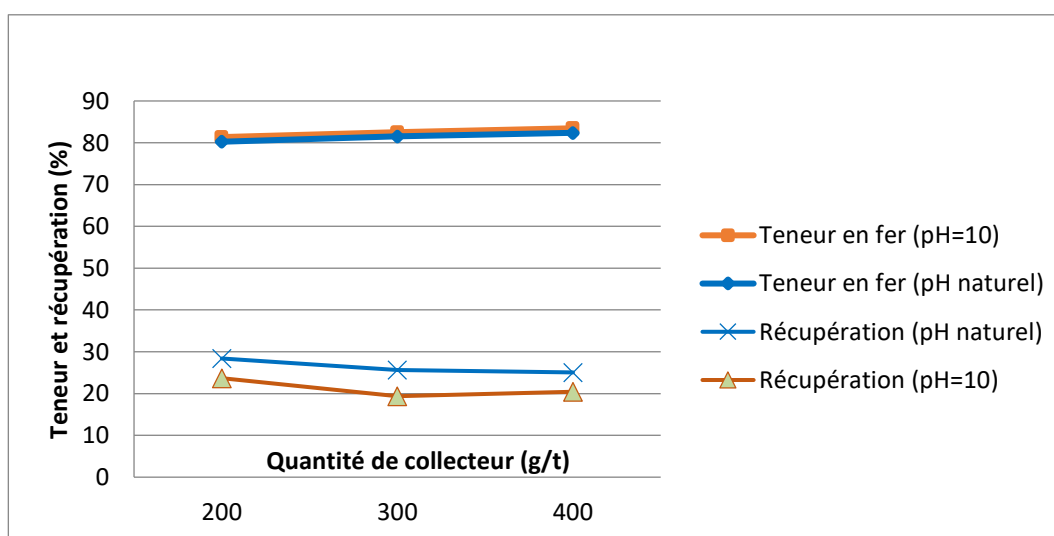


Figure 59 : Teneur en fer et taux de récupération de la flottation de contrôle (RC20)

En comparant en fonction du pH, nous remarquons que les plus grands taux de récupération enregistrés sont dans la case du pH = 10. A titre d'exemple, pour la flottation de principale nous obtenons 36% de récupération pour une concentration du collecteur égale à 400 g/t contrairement à un taux de presque 17% pour la même concentration pour le pH naturel. Aussi, nous constatons que le taux de récupération pour la flottation de contrôle à différentes concentrations de collecteur était plus important pour le pH naturel, il varie entre 25% et 28%.

La meilleure flottation pour le pH naturel est celle de la concentration 200 g/t pour la flottation principale et de contrôle, puisqu'elle présente le meilleur taux de récupération, soit 54,69%. Et pour le pH=10, le meilleur taux de récupération était 56,29% qui correspond aux concentrations 400g/t et 300g/t, respectivement pour la flottation principale et de contrôle.

La courbe des taux de récupération en fonction de la concentration du collecteur (Xanthates) pour le pH naturel présente une anomalie, on remarque que le taux de récupération de la flottation de contrôle est plus élevé que celui de la flottation principale, donc on présume que les meilleures concentrations du collecteur pour la désulfuration du rejet RC20 à pH naturel sont respectivement 200g/t ; 300g/t ; 400 g/t par rapport aux essais effectués au laboratoire.

Les teneurs du fer pour la flottation principale et de contrôle restent inchangables, ils varient entre 81% et 85%, donc la différence n'est pas discutable.

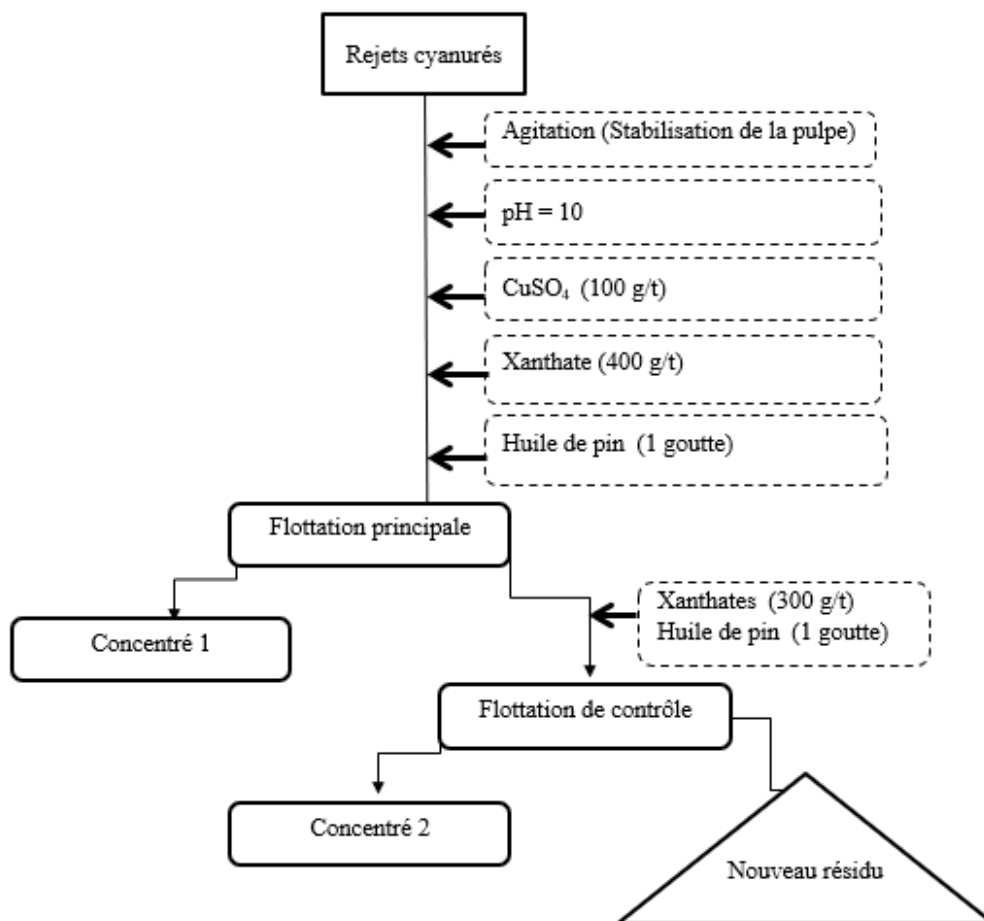


Figure 60 : Flow sheet de la flottation de l'échantillon RC20

2.1.2 Décyanuration

Tableau 36 : Suivi du pH de la décyanuration par hypochlorite

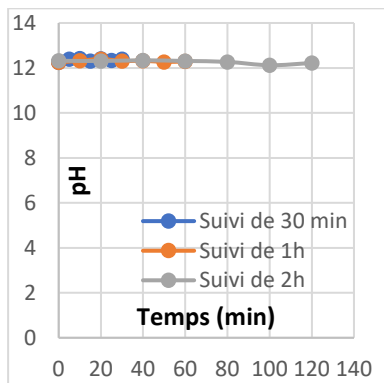
| | | 30 min | | | | | | |
|-------------|--|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Temps (min) | | 0 | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 |
| pH | | 12,25 | 12,39 | 12,43 | 12,31 | 12,41 | 12,34 | 12,39 |
| | | 1h | | | | | | |
| Temps (min) | | 0 | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 |
| pH | | 12,25 | 12,32 | 12,4 | 12,31 | 12,32 | 12,27 | 12,29 |
| | | 2h | | | | | | |
| Temps (min) | | 0 | 20 | 40 | 60 | 80 | 100 | 120 |
| pH | | 12,32 | 12,31 | 12,34 | 12,31 | 12,27 | 12,12 | 12,22 |

Tableau 37 : Suivi du pH de la décyanuration par Peroxyde sans catalyseur

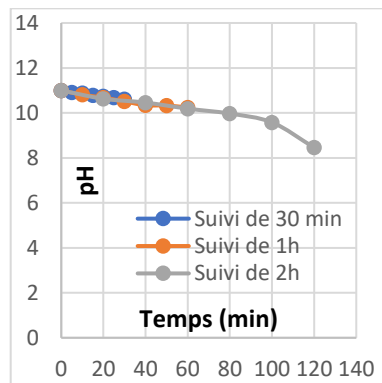
| | | 30 min | | | | | | |
|-------------|--|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Temps (min) | | 0 | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 |
| pH | | 11 | 10,86 | 10,71 | 10,64 | 10,47 | 10,38 | 10,35 |
| | | 1h | | | | | | |
| Temps (min) | | 0 | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 |
| pH | | 11 | 10,6 | 10,52 | 10,45 | 10,31 | 10,21 | 10,14 |
| | | 2h | | | | | | |
| Temps (min) | | 0 | 20 | 40 | 60 | 80 | 100 | 120 |
| pH | | 11 | 10,44 | 9,8 | 9,55 | 9,44 | 9,03 | 8,77 |

Tableau 38 : Suivi du pH de la décyanuration par Peroxyde avec catalyseur

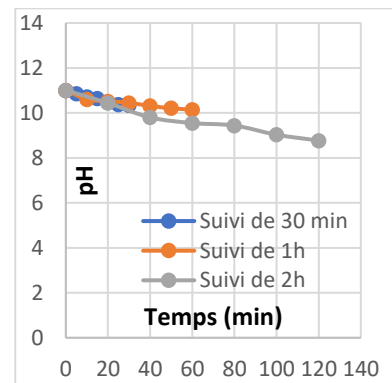
| | | 30 min | | | | | | |
|-------------|--|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Temps (min) | | 0 | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 |
| pH | | 11 | 10,92 | 10,88 | 10,79 | 10,74 | 10,68 | 10,62 |
| | | 1h | | | | | | |
| Temps (min) | | 0 | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 |
| pH | | 11 | 10,81 | 10,68 | 10,51 | 10,34 | 10,33 | 10,24 |
| | | 2h | | | | | | |
| Temps (min) | | 0 | 20 | 40 | 60 | 80 | 100 | 120 |
| pH | | 11 | 10,63 | 10,46 | 10,19 | 9,97 | 9,58 | 8,46 |



Hypochlorite



Peroxyde sans catalyseur



Peroxyde avec catalyseur

Figure 61 : Suivi du pH de la décyanuration

La décyanuration est le fait de convertir un cyanure en cyanate par oxydation. Cette réaction a lieu à des pH alcalins supérieurs à 11.

Pour la méthode d'hypochlorite, on remarque que le pH reste stable au cours du processus. Il varie autour du 12, donc la courbe est presque droite. On peut dire que l'hypochlorite n'a pas changé le pH et il est maintenu à plus de 11 par un excès d'hydroxyde de sodium non réagi.

Par contre le pH ne cesse de diminuer pour la méthode du peroxyde, on observe qu'initialement le pH était égale à 11 puis au bout de 30 minutes il devient 10,35, dans une heure il est à 10,14 ; après deux heures de temps de contact le pH baisse jusqu'à 8,77.

Pareil pour la méthode du peroxyde avec catalyseur, le pH initialement est 11 puis on note une baisse jusqu'au 10,62 pour les premières 30 minutes, 10,24 pour la première heure, et 8,46 pour l'essai de deux heures.

La diminution du pH pour la méthode du peroxyde est expliquée par le fait que l'eau oxygénée est un oxydant puissant mais le pH reste toujours alcalin (>7). Il est à noter aussi que le pH naturel était presque égalé à 9 et qui a été augmenté jusqu'au 11 par l'ajout de la soude (NaOH).

2.1.3 Dosage du cyanure

Tableau 39 : Concentration des cyanures

| | | C AgNO3 (mol/l) | V CN (ml) | V AgNO3 (ml) | C CN (mol/l) | C CN (ppm) | Moyenne (ppm) | | |
|--------------------------|--------|--------------------|--------------|-----------------|-----------------|---------------|------------------|--------|-------|
| Hypochlorite | 30 min | 0,025 | 10 ml | 1 | 0,0025 | 65,05 | 52,04 | | |
| | 1h | | | 0,8 | 0,002 | 52,04 | | | |
| | 2h | | | 0,6 | 0,0015 | 39,03 | | | |
| Peroxyde sans catalyseur | 30 min | | | | | 1,8 | 0,0045 | 117,09 | 99,74 |
| | 1h | | | | | 1,7 | 0,00425 | 110,59 | |
| | 2h | | | | | 1,1 | 0,00275 | 71,56 | |
| Peroxyde avec catalyseur | 30 min | | | | | 1,5 | 0,00375 | 97,58 | 84,57 |
| | 1h | | | | | 1,5 | 0,00375 | 97,58 | |
| | 2h | | | | | 0,9 | 0,00225 | 58,55 | |

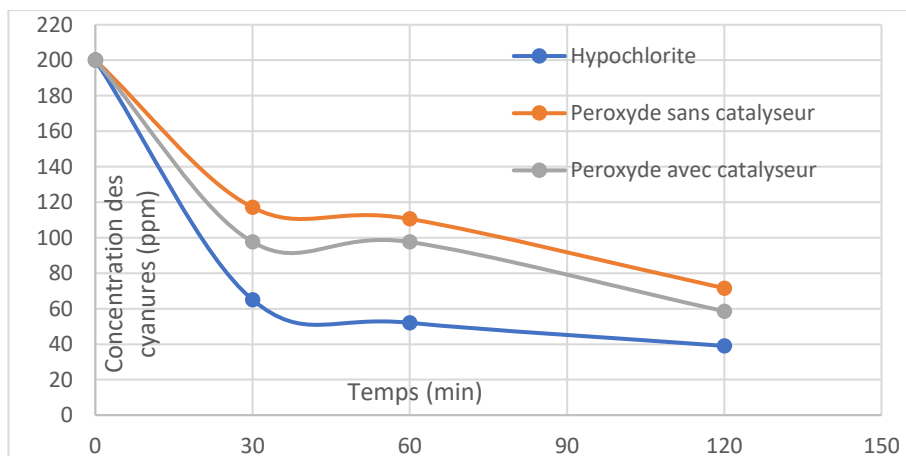


Figure 62 Concentration des cyanures

La figure ci-dessus illustre les résultats d'oxydation des ions cyanures par trois agents chimiques (hypochlorite, peroxyde sans catalyseur et peroxyde avec catalyseur). Nous constatons que la concentration des cyanures en ppm ne cesse de baisser, on enregistre 200 ppm initialement, mais après 30 minutes de temps de contact, la concentration atteint des valeurs moins importantes, 117 ppm ; 97 ppm et 65 ppm respectivement pour les réactifs : peroxyde sans catalyseur, peroxyde avec catalyseur et hypochlorite ; pour en fin et au bout de 120 minutes qui correspond à deux heures de temps de contact, la concentration devient 71 ppm ; 58 ppm ; 39 ppm respectivement. D'après ces courbes, on peut conclure que le meilleur réactif pour effectuer une décyanuration est l'hypochlorite, la concentration passe de 200 ppm à 39 ppm dans une durée de seulement deux heures avec un taux d'élimination égal à 80,5%.

La directive européenne sur la gestion des déchets miniers (2006/21/EC) impose une concentration limite de cyanures égale à 50 ppm en mai 2008, soit diminuée à 20 ppm en 2013 et 10 ppm en mai 2018. On constate que les rejets cyanurés de la mine de Amessemassa sont loin des normes, 200 ppm de concentration initiale est 20 fois importante que la limite.

Les résultats obtenus montrent que la concentration minimale enregistrée après décyanuration par hypochlorite est de 39 ppm. Par conséquent, les recommandations environnementales de la directive européenne (mai 2008) ont été atteintes.

2.2 Valorisation

2.2.1 Séparation gravimétrique par table à secousses

La séparation gravimétrique est une étape de préconcentration permettant de séparer le concentré (particules lourdes) du rejet (particules légères) pour pouvoir procéder aux attaques chimiques qu'avec le concentré pour des résultats plus fiables.

Tableau 40 : Rendement des produits de la séparation gravimétrique

| Echantillon | Débit | Z1 (g) | Rend % | Z2 (g) | Rend % | Z3 (g) | Rend % | Z4 (g) | Rend % | Total (g) |
|------------------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-----------|
| Filtre presse | D1 | 2,1 | 2,10% | 16,03 | 16,03% | 31,77 | 31,77% | 50,1 | 50,10% | 100 |
| Graphite | D1 | 12,89 | 12,89% | 20,36 | 20,36% | 33,46 | 33,46% | 33,29 | 33,29% | |
| | D2 | 4,55 | 4,55% | 2,77 | 2,77% | 51,47 | 51,47% | 41,21 | 41,21% | |
| | D3 | 4,1 | 4,10% | 1,08 | 1,08% | 35,51 | 35,51% | 59,31 | 59,31% | |
| Rejet d'affinage | D1 | 8,87 | 8,87% | 21,35 | 21,35% | 25,9 | 25,90% | 43,88 | 43,88% | |
| | D2 | 8,85 | 8,85% | 12,79 | 12,79% | 26,69 | 26,69% | 51,67 | 51,67% | |

Le débit a été tiré par la méthode classique ou on calcule le temps nécessaire pour le remplissage d'un bac à un volume connu.

Figure 63 : Débit d'eau de la table à secousses

| D ₁ (m ³ /h) | D ₂ (m ³ /h) | D ₃ (m ³ /h) |
|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| 0,33 | 0,57 | 0,7 |

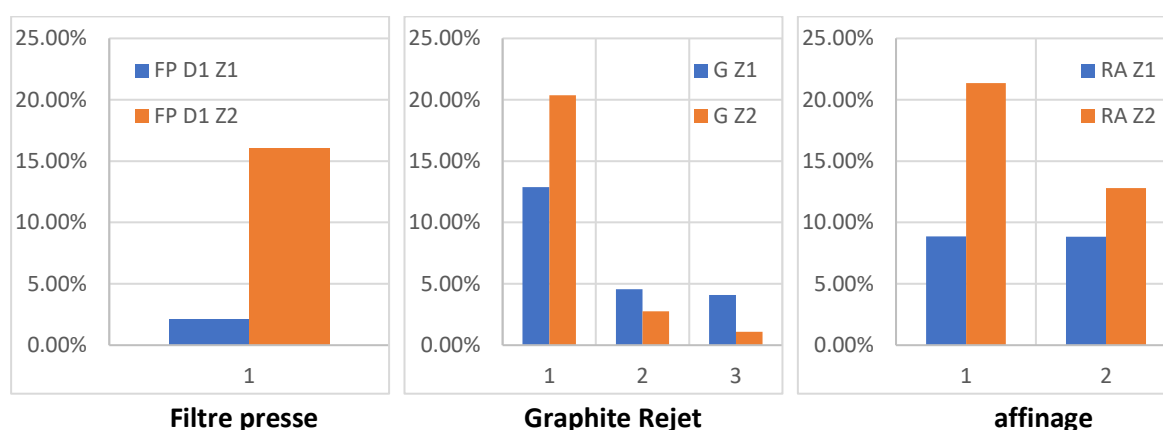


Figure 64 : Rendement des concentrés de la séparation gravimétrique

D'après les résultats de la séparation gravimétrique, on remarque que le concentré de l'échantillon filtre presse (Zone 1 + zone 2) est égale à 18%. Le concentré de premier débit de l'échantillon de graphite est à presque 33%, par contre il est inférieur à 8% pour les deux autres débits (2 & 3). Le concentré du premier débit de l'échantillon rejet d'affinage est supérieure à celui du deuxième débit de différence de presque 8,5%.

2.2.2 Caractérisation chimique des solutions par spectrométrie d'absorption atomique SAA

Pour pouvoir analyser les échantillons préalablement attaqués par l'hypochlorite et l'eau régale, il fallait les diluer bien avant les introduire dans l'appareil et aussi préparer des solutions standards pour calibrer l'appareil et tracer les courbes d'étalonnage.

Tableau 41 : Les standards d'étalonnage

| | | | | | |
|----------|------|-----|------|-----|-----|
| Ag (ppm) | 0,25 | 0,5 | 0,75 | 1 | 1,5 |
| Au (ppm) | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1 |
| | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 |

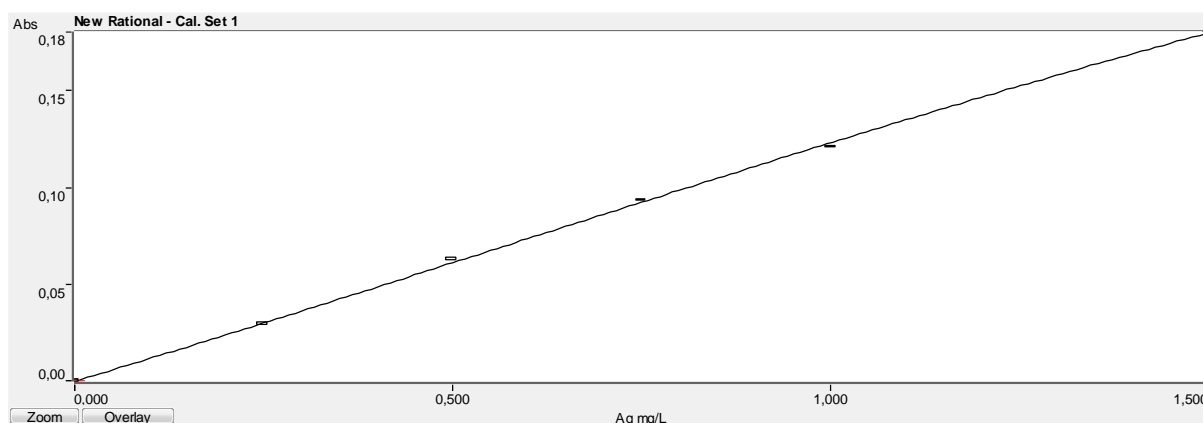


Figure 65 : Courbe d'étalonnage de l'argent à 1,5 ppm

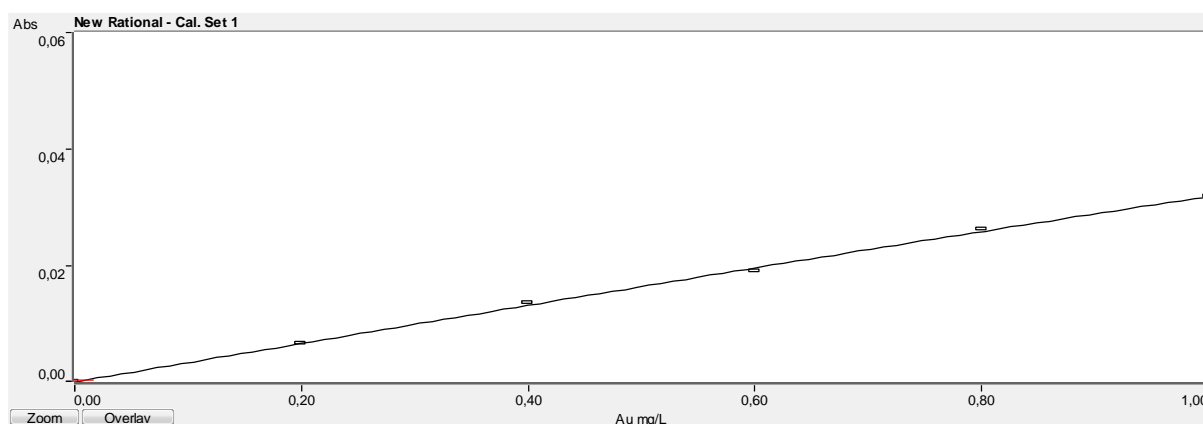


Figure 66 : Courbe d'étalonnage de l'or à 1,0 ppm

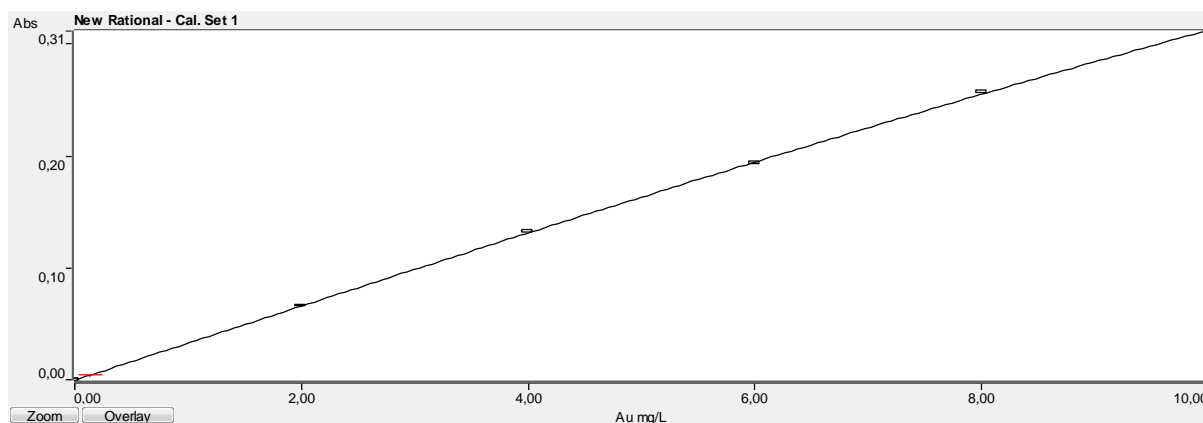


Figure 67 : Courbe d'étalonnage de l'or à 10 ppm

Figure 68 : Concentration d'or et d'argent

| | Echantillons | Réactif | Temps de contact | Température | F | C Au (mg/l) | F | C Ag (mg/l) |
|--------|-------------------|--------------|------------------|-------------|-------|-------------|------|-------------|
| ENOR | Charbon Actif | Eau Régale | 24h | 30 C° | 2 | 1 | 10 | 2,5 |
| | Charbon Actif Élu | | | | 2 | 0,96 | 10 | 0,89 |
| | Charbon Actif | | 4h | | 2 | 1,14 | 10 | 2,9 |
| | Charbon Actif | | 5j | | 2 | 1,3 | 10 | 3,12 |
| AGENOR | Rejet Affinage D1 | Eau Régale | 24h | 30 C° | 2 | > 2 | 10 | > 15 |
| | Graphite D2 | | | | 10 | 64,6 | 10 | > 15 |
| | Filtre presse | | | | 10 | 4,2 | 10 | > 15 |
| | Rejet Affinage D2 | | | | 10 | > 100 | 10 | > 15 |
| | Graphite | 5h | 75 C° | 10 | 31,5 | 10 | > 15 | |
| | Rejet Affinage | | | 10 | > 100 | 10 | > 15 | |
| | Filtre presse | | | 10 | 4,3 | 10 | > 15 | |
| | Filtre presse | Hypochlorite | 5h | 30 C° | 2 | 2 | 10 | 2,02 |
| | Rejet Affinage | | | | 10 | 3,7 | 10 | 3,15 |
| | Graphite | | | | 10 | 1,9 | 10 | 2,21 |

Le tableau ci-dessus résume les concentrations en or et argent obtenues par spectrométrie d'absorption atomique SAA. Nous constatons que l'analyse du charbon actif issu de la mine d'Amesmassa a donné des concentrations relativement faibles d'or et d'argent qui varient entre 0,96 ppm et 1,3 ppm pour l'or et de 0,89 ppm à 3,12 ppm pour l'argent, donc les résultats sont similaires, quel que soit le temps de contact.

En ce qui concerne les concentrations des rejets issus d'AGENOR, nous remarquons des valeurs beaucoup plus importantes. Pour l'hypochlorite, les échantillons filtre presse, rejet affinage, et graphite présentent respectivement des valeurs de 2 ppm ; 3,7 ppm ; 1,9 ppm pour l'or et 2,02 ppm ; 3,15 ppm ; 2,21 ppm pour l'argent.

L'eau régale a démontré sa grande capacité de dissoudre les métaux nobles tels que l'or et l'argent, l'agitation et la température élevée sont des facteurs importants qui ont contribué à l'augmentation de la vitesse de la réaction par la superfluidité des collisions efficaces qui aide à la cassure des liaisons et la libération des ions. Les résultats montrent que les rejets d'affinage ont des concentrations très élevées en or (supérieures à 100 ppm), en comparaison aux valeurs mesurées pour le graphite (31 à 64 ppm) et le filtre presse (4.2 à 4.3 ppm) et cela quelle que soit la température. Il est à noter que les teneurs en or pour les rejets d'affinage à un débit faible (0,33 m³/h) dépassent 2 ppm. Pour tous les échantillons, l'argent révèle des valeurs supérieures à 15 ppm.

Le temps de contact est un autre facteur très important pour assurer une réaction complète, on note 64,6 ppm pour le graphite qui est resté 24h à température ambiante contrairement à 31,5 ppm pour le même échantillon qui est resté seulement 5h à une température de 75C°.

Pour conclure, les rejets de l'AGENOR sont chargés d'or et d'argent, beaucoup plus le rejet d'affinage puisqu'il est prélevé après mélanger les grains d'or avec l'eau régale.

Conclusion

Selon les résultats obtenus, on peut conclure qu'une seule analyse n'est pas toujours efficace, il faut parfois combiner entre deux techniques, ou faire plusieurs essais et prendre la moyenne pour minimiser l'erreur et pour que le résultat soit le plus représentatif possible. Plusieurs méthodes doivent être effectuées pour enfin comparer et savoir qu'elle était la meilleure.

Les résultats des analyses physico-chimiques, chimiques et minéralogiques sont importants pour comprendre la composition de l'échantillon étudié.

Toute réaction chimique à des facteurs influençant sur la rapidité de la réaction et sa totalité tels que le temps de contact, la température, et l'agitation.

Conclusion générale

L'entreprise minière et l'industrie extractive ont toujours connu des problèmes de déchets miniers qui nécessitent un traitement conforme aux normes mondiales relatives à l'environnement. De ce fait, notre étude a été faite pour caractériser et valoriser les rejets miniers essentiellement issus de l'activité minière aurifère.

Dans un premier lieu, une caractérisation physico-chimique a été faite pour les rejets miniers provenant de l'ENOR afin d'étudier le pH qui a été alcalin pour tous échantillons mais à différents degrés, la masse volumique, la porosité qui a donné des valeurs entre 20% et 25% en référence aux sols sableux, qui a été lui aussi (type de sol) confirmé par une analyse granulométrique. Une méthode de bleu de méthylène a été aussi établie pour déterminer la surface spécifique en alternative de la BET et la capacité d'échange cationique des matériaux qui était très faible.

Ensuite, on est passé à une caractérisation minéralogique en utilisant la diffraction aux rayons X (DRX), les données nous ont permis de connaître la composition minéralogique des résidus miniers. Cette caractérisation a été complétée par une autre, la spectroscopie RAMAN qui nous a montré quelques minéraux présents dans les échantillons afin d'avoir une analyse complète.

En outre, une caractérisation chimique par fluorescence aux rayons X est tenue pour accomplir les caractérisations de nos échantillons, cette dernière a donné le pourcentage de tous les éléments métalliques par rapport à l'ensemble des métaux contenus dans les rejets.

L'étape suivante consistait à une dépollution comme il s'agit de l'environnement minier notamment les rejets porteurs d'or, on a procédé par deux méthodes, la désulfuration et la décyanuration.

La désulfuration par flottation a servi pour enlever tous les sulfures dans nos substances d'étude, nous avons fait varier plusieurs paramètres pour ensuite pouvoir trouver le meilleur flow sheet d'une flottation optimale. Les paramètres variables sont le broyage <math><100\mu\text{m}</math>, le pH naturel et le pH = 10, et la concentration du collecteur (Xanthates) entre 200 g/t ;400g/t et 600 g/t pour la flottation principale. La teneur métallique la plus remarquable en fer indique plus de 80% mais le taux de récupération ne dépassait pas 56,3% dans les meilleurs cas, il s'agit des rejets cyanurés.

La décyanuration a été menée pour transformer les cyanures en cyanates, substances moins polluantes, par l'utilisation de l'hypochlorite de sodium NaClO et le peroxyde d'hydrogène H₂O₂ sans et avec catalyser (Sulfates de cuivre CuSO₄). D'après les résultats obtenus, on peut conclure que le meilleur réactif pour effectuer une décyanuration est l'hypochlorite avec un taux d'élimination de 80,5%.

Les recommandations environnementales de la directive européenne (mai 2008) ont été atteintes.

Ce travail a eu lieu dans le premier semestre de l'année 2020 ou le monde a été bouleversé par le COVID-19, notre travail est complet mais on recommande la vérification de l'hypothèse déclarée par l'ENOR que l'exposition des rejets cyanurés au soleil va éventuellement casser les liaisons entre le C et le N pour libérer les cyanures par effet UV.

Pour le deuxième volet de ce mémoire qui est la valorisation des rejets miniers porteurs d'or, nous avons appliqué un protocole d'extraction par l'eau régale et l'hypochlorite après une préconcentration gravimétrique des échantillons. L'utilisation d'hypochlorite comme réactif chimique n'a pas donné des concentrations élevées en or ou en argent.

Pour l'eau régale, on a constaté que les rejets de raffinage de la mine de Amesmassa n'ont pas donné de fortes concentrations en or dans les solutions, on peut dire que le protocole suivi au niveau de la mine est fiable tandis que les rejets d'affinage de l'AGENOR ont montré une concentration > 15 ppm pour l'argent et > 100 ppm en or pour l'échantillon rejet affinage.

Nous constatons suite aux analyses effectuées que le taux de cyanures dans les rejets de la mine d'Amesmassa dépasse largement les normes environnementales. Il est recommandé de mettre en quarantaine ces rejets et de les retraiter par des méthodes adéquates et économiques. Nous invitons les responsables de l'ENOR de prendre en considération notre étude qui pourra être une solution.

Quant à l'AGENOR, nous recommandons à ce que le taux de métal aurifère dans les rejets de raffinage soit revu à la baisse puisque les résultats de nos analyses montrent une concentration de plus de 100 ppm.

Références bibliographiques

ANPM, Agence Nationale du Patrimoine Minier, Rapport d'étude ;

Amesmesa Gold Project, Bankable Feasibility Study, Section 5, Geology, Geotechnics and Geohydrology. AS GRDM inproc. Vol 1 of 4, 2005;

Argentum, A. Fondamentaux mines : Lixiviation, juillet 2011 ;

Aronica, C., Jeanneau, F. Techniques et études des structures cristallines, octobre 2009 ;

Blazy, P. Métallurgie de l'or–Techniques de l'ingénieur, Juin 2006 ;

Bounouala, M. Les méthodes de traitement du minerai, 2009 ;

BRGM. L'or de Guyane : Géologie, gites et potentialités, rapport BRGM, ministere de l'industrie, 2004 ;

BRGM. Caractérisation des déchets miniers de quatre mines d'or de Guyane, Avril 2012 ;

Camilleri, J.P. Sécurité et optimisation des techniques d'exploitation et de traitement sur les sites d'orpaillage de Komabangou et M'Banga", Mai 2009 ;

Charbonneau, P. Analyse des pratiques de valorisation des rejets miniers, Juin 2014 ;

Chemali S, Maouel M, Utilisation de nouveaux réactifs chimiques pour les besoins de traitement du minerai d'or provenant du site d'Amesmesa, 2018 ;

El Hachimi, M.L. et al, Les rejets miniers de traitement : caractérisation, capacité polluante et impacts environnementaux, mine Zeïda, mine Mibladen, Haute Moulouya (Maroc), 2013 ;

Ghomari F., BendiOuis A. Science des matériaux de construction ,2008 ;

Gua, T. et al, Bioresource Technology, Volume 261, Aout 2018;

Kartal, M. et al , Enhancing chalcopyrite leaching by tetrachloroethylene-assisted removal of sulphur passivation and the mechanism of jarosite formation, Novembre 2019;

Laribi et al. Essai d'adsorption de bleu de méthylène : influence de paramètres du protocole expérimental sur la valeur au bleu en fonction de la minéralogie des argiles, 2008

Matheus, P. Les techniques et conditions d'exploitation des mines aurifères, Novembre 2018 ;

METTLER TOLEDO, Fabricant d'instruments de précision et fournisseur de services pour les laboratoires et la production ;

Pareau, D., Durand, G. Traitements d'effluents industriels contenant des traces de cyanures résiduels, Avril 1995 ;

Plante, B. Environnement minier et restauration des sites, Juin 2011 ;

Poulard, F. et al, Exploitation minière et traitement des minerais, Tome 6, Mars 2017 ;

Pozdniakov, Rapport de fin des travaux sur l'évaluation du gisement d'Amesmessas avec récapitulatifs des réserves, Office Nationale de Recherche Géologique et Minière (ORGM), division sud, volume 01, 1993 ;

Quantum-rx, société Française spécialisée dans la vente de produits d'analyse et de détection de terrain de hautes technologies ;

Rawlings D.E, Johnson D.B. Biomining, 2007;

Robert, J. Glossaire Directive 019 sur l'industrie minière, Novembre 2004 ;
Serena Fu, Kira Zhang, Teresa Zheng, Gold Flotation Production Line,
<http://www.miningmes.com/>;

Sylla, M. Traitement des minerais d'or réfractaires et carbonés, Juin 2014 ;

Tanelli, G. Géologie du gisement aurifère, Octobre 1992 ;

Trouillet, F. Fiche méthode : Mesurer le pH d'une solution aqueuse, 2008 ;

UL. Description des appareils et procédures, laboratoire du département de génie civil, université Laval ;

Vellar, R. D. Procédés minéralogiques, 2001 ;

Vieira, R. Les technologies d'extraction aurifère sans mercure, 2006 ;

WSF Industries, 2009.