

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département : Génie Minier

Laboratoire : Génie Minier



Laboratoire Génie Minier

Mémoire de projet de fin d'études

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

Détermination du potentiel acidogène des rejets de la mine abandonnée de Sidi Kamber par l'utilisation des procédés bio-cinétiques

Ilhem LASKRI

Sous la direction de Mme Amira MERCHICHI

Présentée et soutenue publiquement le (30/09/2020)

Composition du Jury :

Président	M.M. OULD HAMOU	MCA	ENP
Examineur	Mme.N. Boutouchent-Guerfi	MR	CRTSE
Promoteur	Mme. A. MERCHICHI	MAA	ENP
Co-Promoteur	M.H. RABIA	Doctorant	ENP

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département : Génie Minier

Laboratoire : Génie Minier



Laboratoire Génie Minier

Mémoire de projet de fin d'études

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

Détermination du potentiel acidogène des rejets de la mine abandonnée de Sidi Kamber par l'utilisation des procédés bio-cinétiques

Ilhem LASKRI

Sous la direction de Mme Amira MERCHICHI

Présentée et soutenue publiquement le (30/09/2020)

Composition du Jury :

Président	M.M. OULD HAMOU	MCA	ENP
Examineur	Mme.N. Boutouchent-Guerfi	MR	CRTSE
Promoteur	Mme. A. MERCHICHI	MAA	ENP
Co-Promoteur	M.H. RABIA	Doctorant	ENP

ENP 2020

أكبر المشاكل الناتجة جراء تسيير المخلفات المنجمية تتمثل في إنتاج المياه الحمضية وتسريب المعادن. إن الغاية من هذا العمل هو تقييم القوة الحمضية للمخلفات المنجمية بالمنجم المهجور سيدي كامبر عبر طرق بيوحرورية، حيث يتدخل العنصر البيولوجي (البكتيريا) لأكسدة المخلفات المنجمية. الدراسة شملت خمسة أنواع من العينات، منها مخلفات المعالجة الخامة بالتعويم و بالفصل الثقلي، مرکز المعالجة بالتعويم، مرکز المعالجة بالفصل الثقلي و مخلفات التعويم والتي قمنا في البداية بتحديد خصائصها ومن تم انجاز اختبارات ثابتة و اخرى حركية (مع و دون تحريك) باحتضانها في وسط بكتيري (مزود و خال من كبريتات الحديد) و ذلك من اجل تطوير اجراء التقييم الحركي للقوة الحمضية. النتائج المتوصل اليها تؤكد الطبيعة شديدة الحمضية للعينات الخامة و مخلفات المعالجة بالتعويم لعينات سيدي كامبر بالاضافة الى ذلك، الطريقة الحركية للتنبؤ اثبتت فعاليتها بالاختصاص مع اضافة المستعمرات البكتيرية التي تعمل على رفع كفاءة و سرعة الطريقة التحليلية.

الكلمات الدالة : منجم مهجور، سيدي كامبر، مخلفات منجمية، قوة حمضية، بكتيريا، مياه حمضية، طرق بيو حركية.

ABSTRACT

The main environmental problems associated with mine waste management are known to be the acid mine drainage (AMD) and metal releases. The aim of this study is to evaluate the acidogenic potential of Sidi Kamber's raw tailings using bioleaching that involves micro-organisms (bacteria). To achieve this, the study was carried using five representative samples, for instance the raw tailings of flotation process and gravimetric separation, the concentrate of flotation as well as gravimetric separation with also flotation tailings; which were characterized at the beginning, in order to pursue our researches with both static and kinetic tests (with and without shake) in bacterial medium 9K (with and without iron sulphates) aiming to develop a kinetic procedure for evaluating the acidogenic potential. The results emphasize the acidogenic nature of Sidi Kamber's raw tailings and also the reprocessing tailings (flotation tailings). The kinetic prediction method showed high efficiency especially using bioleaching process, which increases the reliability and speed of the analytical method.

Key Words: abandoned mine, Sidi Kamber, tailings, acidogenic potential, bacteria, acid mine drainage, bioleaching.

Résumé :

Les principaux problèmes environnementaux liés à la gestion des rejets miniers sont la production du drainage minier acide (DMA) et le relargage des métaux. Cette étude a pour objectif de déterminer le potentiel acidogène des rejets de la mine abandonnée de Sidi Kamber par des procédés bio-cinétiques. Cinq types d'échantillons ont été étudiés, à savoir : les rejets bruts de flottation et de séparation gravimétrique, le concentré de flottation et de séparation gravimétrique et les rejets de flottation. Ces rejets ont été caractérisés, puis des essais statiques et cinétiques (avec et sans agitation) dans un milieu de culture bactérien 9K (avec et sans sulfates de fer) ont été effectués afin d'élaborer une procédure cinétique d'évaluation du potentiel acidogène. Les résultats ont permis de mettre en évidence la nature acidogène des rejets bruts ainsi que les rejets de retraitement (par flottation) de Sidi Kamber. La méthode cinétique de prédiction s'avère très efficace principalement avec l'ajout d'une culture bactérienne qui augmente ainsi la fiabilité et la rapidité de la méthode analytique.

Mots clés : Mine abandonnée, Sidi Kamber, rejets miniers, potentiel acidogène, bactérie, drainage acide minier, biolixiviation.

Remerciements

Avant tout, je remercie Allah de nous avoir épargné ainsi nos proches de cette crise sanitaire mondiale et j'apporte mon soutien aux familles affectées et à toute la population qui a fait preuve de courage et bravoure en ces temps si difficiles.

Je tiens à exprimer chaleureusement ma grande reconnaissance à ma directrice de mémoire ma chère Mme Amira MERCHICHI pour ses efforts innombrables, sa générosité sans limite et son savoir si précieux partagé avec moi en me guidant toujours vers la performance et l'excellence et qui n'a jamais baissé les bras face aux situations difficiles rencontrées lors de l'établissement de ce travail, aux heures si tard passées au laboratoire sans se plaindre et sans hésitation à m'aider.

Mes remerciements ne peuvent pas finir sans citer le grand M. Malek OULD HAMOU notre chef de département, qui a toujours été un papa pour nous, toujours à notre écoute, en se battant pour nous, afin que le laboratoire soit équipé de tout ce dont on a besoin pour étudier et effectuer nos expérimentations.

Je remercie infiniment Mme Nabila BOUTOUCHENT-GUERFI pour l'honneur qu'elle m'accorde en examinant ce modeste travail en dépit de tous ses engagements et charges.

Sans oublier la gratitude que j'apporte envers tous mes professeurs pour leurs grands efforts, leur dévouement au travail et leur riche savoir transmis de génération en génération assurant une excellente formation en génie minier et en me poussant toujours vers le haut.

Un grand merci à Mme Safia ZOUBIRI de l'ASG pour son aimable présence et supervision des analyses chimiques réalisés au laboratoire du CRAPC, que je salue chaleureusement son personnel très accueillant ainsi que l'AGENOR pour la caractérisation chimique des échantillons.

Je suis fière d'être une ingénieure Algérienne polyvalentemerci infiniment...

Dédicaces

A celle qui a m'a comblé d'amour, de tendresse,

Celle qui m'a donné la vie, qui s'est sacrifiée pour moi

Qui a été toujours à mes côtés quel que soit les conditions

Qui a su me relever à chaque chute, me consoler avec ses

Mots doux, me rendait plus forte et plus déterminée....

.....A la vie ...A maman ce que je possède de plus cher !

A celui qui a toujours cru en moi, m'a soutenu toute ma vie,

Celui qui incarné en moi la loyauté et la perfection du travail

Qui n'a pas connus de repos pour que j'aie un futur meilleur

Qui m'a rendu confiante et prête à affronter le monde

.....A l'amour...à toi Papa chéri qui m'a toujours poussé vers le haut !

A mes Parents symbole de vie et d'amour.

*A mes adorables frères et ma précieuse sœur la maman de « Lina et Adam Mohamed »
que j'aime tant !*

A la mémoire de mes grands-parents décédés mais toujours présents dans mon cœur,

*A Mama Kila le cœur d'océan, Papa Tahar le brave et unique leader et à mama Akila
la voix de sagesse.*

A ma précieuse famille Je dédie ce modeste travail.

Table des Matières

Liste des tableaux

Listes des figures

Listes des abréviations

Introduction.....	15
Chapitre I : Rejets miniers et génération d'acidité.....	17
1 Généralité sur les rejets miniers	18
2 Drainage Minier Acide	20
3 Mécanismes de production du drainage minier acide	21
4 Traitement du Drainage minier acide	23
4.1 Traitement abiotique	24
4.1.1 Système actif.....	24
4.1.2 Système Passif.....	25
4.2 Traitement biotique	27
4.2.1 Système actif.....	28
4.2.2 Système passif.....	28
Chapitre II: Méthodes de contrôle du drainage minier acide.....	30
1 Contrôle du Drainage Minier Acide	31
2 Prédiction du Drainage Minier Acide.....	32
2.1 Tests statiques	32
2.2 Tests cinétiques.....	34
3 Microorganismes impliqués dans le processus de biolixiviation.....	36
4 Mécanismes de biolixiviation des sulfures métalliques.....	41
4.1 Biolixiviation par mécanisme de contact (ou mécanisme direct).....	41
4.2 Biolixiviation par mécanisme indirect.....	41
4.3 Lixiviation des sulfures de métaux acido-solubles (mécanisme polysulfure).....	42
4.4 Lixiviation des sulfures de métaux acido-insolubles (mécanisme thiosulfate).....	43
5 Paramètres influençant la biolixiviation des sulfures métalliques	45
6 Croissance bactérienne en milieu non renouvelé	46
7 Présentation du site (Mine abandonnée de Sidi Kamber).....	47

Chapitre III : Matériel et Méthodes.....	49
1 Prélèvement et préparation des échantillons	51
1.1 Echantillonnage.....	51
1.2 Préparation des échantillons	52
1.2.1 Quartage	52
1.2.2 Echantillonnage automatique.....	52
2 Caractérisation des échantillons.....	54
2.1 Caractérisation physico-chimique.....	54
2.1.1 Détermination du Potentiel Hydrogène (pH) [norme : ISO 10390 :2005]	54
2.1.2 Détermination de la teneur en eau [norme : NFEN 1097-5]	54
2.1.3 Détermination de la PAF (Perte au feu) [norme :NF EN 15169]	55
2.1.4 Détermination de la porosité [norme : NF P94-410-3].....	55
2.1.5 La densité apparente ($\rho_{\text{apparente}}$) [norme :NF P 18-554]	55
2.1.6 La densité absolue ($\rho_{\text{réelle}}$) [norme : NFP 94-054]	56
2.1.7 Essai au bleu de méthylène [norme : NF P 94-068].....	57
2.1.8 Capacité d'échange cationique (CEC)	58
2.1.9 Surface spécifique Totale ($S_{\text{Spécifique}}$)	58
2.1.10 Analyse granulométrique [norme :NF EN 933-1].....	58
3 Caractérisation minéralogique.....	59
3.1 Diffraction de rayons X (DRX).....	60
4 Caractérisation chimique	60
4.1 Spectrométrie de Fluorescence X (XRF).....	61
4.2 Spectroscopie d'Absorption Atomique « SAA ».....	61
5 Description des essais	62
5.1 Essais de flottation	63
5.2 Essai de séparation gravimétrique.....	64
5.3 Essais statiques	66
5.3.1 Le potentiel de neutralisation « PN »	67
5.3.2 Le Potentiel acidogène « PA ».....	67
5.3.3 Le Potentiel net de neutralisation « PNN ».....	69
5.4 Essais cinétiques	69
5.4.1 Préparation du milieu 9K	69
5.4.2 Isolement de bactéries acidophiles (acidithiobacillus ferrooxidans) à partir du minerai de Sidi Kamber	69
5.4.3 Préparation du milieu N3K Modifié	70

5.4.4	Coloration gram	71
6	Détermination biologique du potentiel acidogène.....	72
7	Analyse des lixiviats	73
7.1	Mesure du pH et potentiel d'oxydoréduction (Eh).....	75
7.2	Densité optique (DO)	75
7.3	Mesure de la concentration en fer ferreux.....	75
7.4	Oxygène Dissous (O ₂ dissous)	76
8	Analyse chimique par spectrométrie d'absorption atomique (SAA).....	77
Chapitre IV : Résultats et Discussion.....		78
1	Caractérisation des échantillons.....	79
1.1	Caractérisation physico-chimique.....	79
1.1.1	pH.....	79
1.1.2	Teneur en eau	79
1.1.3	Perte au feu.....	80
1.1.4	Porosité	80
1.1.5	Densité apparente.....	81
1.1.6	Densité absolue.....	81
1.1.7	Essais au bleu de méthylène	522
1.1.8	Analyse granulométrique.....	523
1.2	Caractérisation minéralogique(DRX)	526
1.3	Caractérisation chimique	528
1.3.1	Spéctroscopie de fluorescence X (XRF).....	88
2	Essais de flottation.....	89
3	Essais de séparation gravimétrique	95
4	Essais statique.....	96
5	Essais cinétiques	97
5.1	Isolement de bactéries acidophiles (<i>Acidithiobacillus Ferroxidans</i>).....	97
5.1.1	Colonies d' <i>Acidithiobacillus Ferroxidans</i>	101
5.1.2	Coloration gram.....	102
5.2	Résultats des essais biocinétiques.....	103
5.2.1	Milieu 9K sans sulfates de fer	104
5.2.2	Milieux 9K avec sulfates de fer	110
5.2.3	Comparaison entre les milieux	115

5.3	Résultats de l'analyse chimique par spectroscopie d'absorption atomique (SAA)	116
	Conclusion générale	122
	Références bibliographiques	124
	Annexe	129

Liste des tableaux

Tableau 1: Minéraux neutralisants (Aubertin,2002).	25
Tableau 2:Types de tests statiques.	33
Tableau 3 : Caractéristiques et propriétés des tests cinétiques les plus répandus.	35
Tableau 4: Principales espèces bactériennes impliquées dans la biolixiviation des sulfures métalliques. .	40
Tableau 5:Coordonnées géographiques des points d'échantillonnages.....	52
Tableau 6:Etapes de dosage du bleu de méthylène.	57
Tableau 7: paramètres et conditions des essais de flottation non-sélective sur les rejets bruts de flottation du minerai de Sidi Kamber.	65
Tableau 8:volume de la solution HCl 1N à ajouter selon la réactivité au test de FIZZ.	67
Tableau 9: Composition du milieu 9K avec sulfates de fer (Silverman et al, 1959).	69
Tableau 10:Composition du milieu N3K modifié (200ml).....	71
Tableau 11:Etapes de réalisation de la coloration Gram.....	73
Tableau 12:Valeurs du pH des rejets bruts du minerai de Sidi Kamber.	79
Tableau 13:Valeurs de la teneur en eau des rejets bruts du minerai de Sidi Kamber.	79
Tableau 14:Valeurs de la PAF des rejets bruts du minerai de Sidi Kamber.	80
Tableau 15:Valeurs de la porosité des échantillons.	80
Tableau 16: résultats de mesure de la densité apparente des rejets bruts de Sidi Kamber.....	81
Tableau 17 : résultats de mesure de la densité absolue des rejets bruts de Sidi Kamber.	81
Tableau 18:Résultats des essais au bleu de méthylène.	82
Tableau 19:Nature des échantillons du minerai Sidi Kamber.....	82
Tableau 20:Analyse granulométrique des rejets bruts de flottation.	84
Tableau 21:Analyse granulométrique des rejets bruts de séparation gravimétrique.....	84
Tableau 22:Coefficient d'uniformité et de courbure des échantillons.....	85
Tableau 23:Pourcentages des éléments métalliques présents dans les échantillons de Sidi Kamber.	88
Tableau 24:Paramètres modifiés pour la flottation des rejets bruts de flottation.....	89
Tableau 25:Rendement des produits de flottation de l'échantillon de Sidi Kamber.....	89
Tableau 26:Pourcentages des éléments métalliques présents dans les échantillons (concentrés de flottation principale et de contrôle).	90
Tableau 27:Résultats de la récupération et la teneur en métaux pour les essais de flottation.....	91
Tableau 28:Rendement des produits de la séparation gravimétrique.....	95
Tableau 29:Résultats des essais statiques.	96
Tableau 30: Mesure des paramètres électrochimiques pendant l'isolement de bactéries acidophiles.	98
Tableau 31: Résultats d'évolution du nombre de bactérie dans les souches bactériennes.....	100
Tableau 32:Evolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique sans agitation.....	106
Tableau 33:Evolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique avec agitation.	106
Tableau 34:Evolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique sans agitation.....	112
Tableau 35:Evolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique avec agitation.	112

Liste des figures

Figure 1:principales étapes d'exploitation minière et traitement du minerai.....	19
Figure 2: Effet du drainage minier acide [cas de la mine de Kettara au Maroc (Nfissi et al. 2018)].....	21
Figure 3:Eléments de production du DMA.....	22
Figure 4: processus de production de DMA.	22
Figure 5: Techniques de traitement du DMA (Dufresne, 2015).	24
Figure 6: Méthodes abiotiques passives de traitement du DMA [A : DCO ; B : DCA ; C : Drain de calcaire ; D : lit de calcaire fluidisé].	27
Figure 7:Sources de drainage minier (Akcil et al, 2006).	31
Figure 8:Observation des bactéries mésophiles au microscope à transmission [A:Acidithiobacillus Ferrooxidans ; B: Acidithiobacillus Thiooxidans ; C:Leptosperillum Ferrooxidans] (encyclopédie Alchetron ;Nkulu Wa Ngoie,2012).	39
Figure 9: Mécanisme de contact et de non contact de biolixiviation.	42
Figure 10: Mécanisme de lixiviation polysulfure par voie chimique et biologique (Schippers et Sand ,1999).	43
Figure 11: Mécanisme de lixiviation thiosulfate par voie biologique (Schippers et Sand ,1999).	44
Figure 12: Mécanismes de biolixiviation des sulfures métalliques (Rawlings et al,1999).	45
Figure 13: Facteurs d'influence sur la biolixiviation des sulfures métalliques.	46
Figure 14: Courbe de croissance bactérienne.....	47
Figure 15:Localisation géographique de la mine de Sidi Kamber.	48
Figure 16:Méthodologie de travail.....	50
Figure 17 : vue générale de la mine de Sidi Kamber (Merchichi,2019).	51
Figure 18:Rejets bruts de traitement du minerai de Sidi Kamber (Merchichi,2019).	51
Figure 19: projection des points d'échantillonnage dans la zone minière de Sidi Kamber.	52
Figure 20:Quartage des échantillons de Sidi Kamber [A : rejets bruts de flottation ; B : rejets bruts de séparation gravimétrique].	53
Figure 21:Echantillonneur automatique.....	53
Figure 22:Echantillons représentatifs.....	53
Figure 23:Mesure du pH.	54
Figure 24:Détermination de la teneur en eau.	54
Figure 25:Mesure de la porosité totale.....	55
Figure 26:Mesure du poids volumique apparent.....	55
Figure 27:Détermination du poids volumique absolu (a : broyage de l'échantillon, b : Tamisage à 40 µm, c : Matériels et solution de xénol utilisés et d : détermination du volume déplacé).	56
Figure 28:Détermination de la valeur de bleu de méthylène VBS.....	57
Figure 29:Essai au bleu de méthylène-Vue du papier filtre et des tâches auréolées	58
Figure 30: Analyse granulométrique.....	59
Figure 31: Principe de la diffraction des rayons X	61
Figure 32:Instrument utilisé « Bruker D8 ».	61
Figure 33:Principe de fonctionnement du DRX (Thirion-Merle,2014).	62
Figure 34:Appareil utilisé « Analyseur portable NITON XL2 ».	62
Figure 35:Principe de fonctionnement de SAA de flamme (Adouani,2020).	63
Figure 36:Instrument utilisé (Agilent Technologies 240 FS AA).	63
Figure 37:conditionnement de la pulpe.....	64
Figure 38:Réactifs de flottation utilisés.	64

Figure 39:Vitesse de la cellule Denver(1350 rpm).....	64
Figure 40:Broyage de l'échantillon.....	65
Figure 41: Tamisage (100µm).....	65
Figure 42: Echantillon broyé.....	65
Figure 43:Ajustement du pH à10.....	65
Figure 44:Ajout des réactifs de flottation.....	65
Figure 43:Produit de mousse.....	65
Figure 45:Filtration.....	66
Figure 46:Table à secousse.....	66
Figure 47:Tamisage(3.15mm).....	67
Figure 48:Pulpe.....	67
Figure 49:Test de Fizz.....	67
Figure 50:Ajout de la solution d'HCl à 1N.....	68
Figure 51:Titrage de la solution par NaOH à 0.1N.....	68
Figure 52:pH final de la solution.....	68
Figure 53:Autoclave.....	70
Figure 54:Milieu 9K (A)avec sulfates de fer ;(B) sans sulfates de fer.....	70
Figure 55:Solutions préparées.....	70
Figure 56:Echantillons incubés et agités.....	70
Figure 57:Milieu N3K modifié [(A): Solidifié; (B):autoclavé].....	71
Figure 58:Introduction de 0.1ml de la suspension.....	72
Figure 59:Etallement de la suspension de cellules.....	72
Figure 60:Prélevement des colonies de bactérie.....	72
Figure 61:Réactifs de coloration Gram.....	72
Figure 62:Centrifugeuse.....	74
Figure 63:Produit de centrifugation.....	74
Figure 64:Filtration des solutions.....	74
Figure 65:Essais cinétiques avec agitation.....	74
Figure 66:Essais cinétiques sans agitation.....	74
Figure 68:Description des essais.....	75
Figure 69:Spectrophotomètre UV/Vis.....	75
Figure 70: précipité de Fe ²⁺	75
Figure 71:Montage de détermination de la teneur du Fe ²⁺	76
Figure 72:Virage de couleur de la solution.....	76
Figure 73:Oxymètre OHAUS STARTER.....	76
Figure 74:Résultats de l'essai au bleu de méthylène[A/B : rejets bruts de flottation ; C/D : rejets bruts de séparation gravimétrique].....	83
Figure 75:Distribution granulométrique des rejets de Sidi Kamber.....	85
Figure 76:Spectre DRX des rejets bruts de flottation.....	87
Figure 77:Spectre DRX des rejets bruts de séparation gravimétrique.....	87

Figure 78:Récupération et teneur du fer dans le concentré de flottation principale et de contrôle, en fonction de la concentration de collecteur [Xanthate].	91
Figure 79:Récupération et teneur du plomb dans le concentré de flottation principale et de contrôle, en fonction de la concentration de collecteur [Xanthate].	92
Figure 80:Récupération et teneur du Zinc dans le concentré de flottation principale et de contrôle, en fonction de la concentration de collecteur [Xanthate].	92
Figure 81:Flow-sheet de la flottation de l'échantillon du minerai de Sidi Kamber.	94
Figure 82:Rendements pondéraux des concentrés de séparation gravimétrique.	95
Figure 83:Caractérisation environnementale des rejets de Sidi Kamber (critère Adam et al ,1997).	97
Figure 84: A : Evolution du pH des souches bactériennes ; B : Evolution du potentiel Redox des souches bactériennes.	98
Figure 85:Croissance bactérienne.	100
Figure 86: Aspect macroscopique de colonies d'Acidithiobacillus Ferroxidans (A, B) cultivée dans le milieu N3K modifié pH=4.45(C, D) ensemencement dans le milieu N3K modifié pH=3,11.	101
Figure 87: microscope optique Nikon.	102
Figure 88 : Aspect microscopique des bactéries A. ferroxidans	103
Figure 89:Evolution de la valeur du pH en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).	104
Figure 90:Evolution de la valeur du potentiel d'oxydoréduction en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).	104
Figure 91:croissance bactérienne en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A: sans agitation ; B :avec agitation).	105
Figure 92:Evolution de la concentration du fer ferreux en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).	105
Figure 93:Evolution de la valeur du pH en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).	110
Figure 94:Evolution de la valeur du potentiel d'oxydoréduction en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).	110
Figure 95:croissance bactérienne en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).	111
Figure 96:Evolution de la concentration du fer ferreux en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).	111
Figure 97:Solubilisation du plomb dans les échantillons des essais cinétiques avec agitation dans le milieu9K (A : Sans sulfates de fer ; B : Avec sulfates de fer).	116
Figure 98:Solubilisation du cuivre dans les échantillons des essais cinétiques avec agitation dans le milieu9K (A : sans sulfates de fer ; B : Avec sulfates de fer).	117
Figure 99:Solubilisation du cadmium dans les échantillons des essais cinétiques avec agitation dans le milieu9K (A : sans sulfates de fer ; B : Avec sulfates de fer).	117
Figure 100:Solubilisation du zinc dans les échantillons des essais cinétiques avec agitation dans le milieu9K (A : sans sulfates de fer ; B : Avec sulfates de fer).	118
Figure 101:Solubilisation du fer dans les échantillons des essais cinétiques avec agitation dans le milieu9K (A : sans sulfates de fer ; B : Avec sulfates de fer).	118

Liste d'abréviations

A.F : *Acidithiobacillus Ferroxidans*.

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

A.T : *Acidithiobacillus Thiooxidans*.

BSR : Biofilm sulfato-réducteur.

CEC : Capacité d'échange Cationique.

CRAPC : Centre de Recherche d'Analyses Physiques et Chimiques.

DCA : Drain Calcaire Anoxique.

DCO : Drain Calcaire Oxique.

DMA : Drainage Minier Acide.

DMC : Drainage Minier Contaminé.

D.O : Densité Optique.

DRX : Diffraction aux rayons X.

Eh : Potentiel d'Oxydoréduction.

ETM : Element Trace Métallique.

FCE : Forum des chefs d'entreprises.

[Fe²⁺] : Concentration du fer ferreux.

L.P: *Liptosperrilium Ferroxidans*.

M: concentration molaire (mol/l)

NAG : Net Acid Generation Test.

O₂ dissous : concentration de l'oxygène dissous .

PA : Potentiel Acidogène.

PAF : Perte au Feu

PG : Potentiel de génération d'acide.

pH : Potentiel d'Hydrogène

PN : Potentiel de Neutralisation.

PNN : Potentiel Net de Neutralisation.

SAA : Spectroscopie par absorption atomique.

S_{spécifique} : La surface spécifique.

UFC: Unité formant colonies.

VBS : Valeur au bleu de méthylène.

VPR : Réacteur à flux vertical.

W :Teneur en eau.

XRF : Fluorescence aux rayons X

Introduction

L'exploitation minière se considère comme un des piliers du développement industriel et économique des nations, depuis les premiers pas de l'homme vers la civilisation jusqu'à l'époque actuelle. Pour subvenir à leurs besoins, les pays, exploitent de plus en plus leurs réserves géologiques, qui s'affaiblissent en teneur à chaque fois, étant donné que les substances extraites représentent la source de production de nombreux équipements et permettent d'alimenter de nombreuses industries tel que l'industrie métallurgique.

Nonobstant les revenus appréciables de l'exploitation minière, de très grandes quantités de rejets, solides (stériles et tailings) et liquides (drainage minier acide) sont générées. Ces rejets sont soit empilés sous forme de haldes à stérile ou acheminés vers des bassins de décantations appelés parcs à résidus ; ils polluent les eaux de surface (mer, lac, rivière, etc.) et/ou souterraines et induisent inévitablement la dégradation de l'écosphère (transformation des paysages, impacts négatifs sur la flore et la faune et la chaîne alimentaire...).

Un problème bien connu dans l'industrie minière pouvant survenir dans les parcs à résidus et les haldes à stériles est le drainage minier acide (DMA). Celui-ci consiste en la contamination de l'eau lorsque celle-ci est en contact avec les sulfures présents dans les rejets. En s'oxydant naturellement au contact de l'eau et de l'air environnant, ces minéraux libèrent de l'acidité, des métaux et des sulfates qui sont potentiellement toxiques pour l'environnement (Aubertin et al, 2002, Bussière et al, 2004).

Plusieurs mines en Algérie extraient des rejets ayant le potentiel de produire du DMA (drainage minier acide) ou DNC (drainage neutre contaminé), nous citons : les rejets de la mine abandonnée de cuivre Kef d'Oum Teboul près de la frontière algéro-tunisienne, les rejets de concentrateur de la mine mercurielle d'Azzaba dans la wilaya de Skikda (Seklaoui et al, 2016), les rejets de concentrateur de la mine de Chaabet El Hamra et Kherzet Youcef (Merchichi, 2013); les tailings et stériles des mines abandonnées de Sidi Kamber et de Boudoukha dans la wilaya de Skikda (Issaad et al, 2019 ; Charchar et al, 2020).

Sur chaque site minier en opération, il est requis de caractériser les rejets pour déterminer s'ils peuvent potentiellement générer du DMA ou du DNC. Une prédiction fiable servira, par exemple, à développer des techniques pour l'entreposage lors des opérations puis pour assurer une restauration appropriée pour empêcher ou limiter la production de la contamination.

À cet effet, il existe des tests de prédiction utilisés comme pronostics sur la qualité des effluents miniers. Nous citons les tests statiques ayant pour but de comparer le potentiel d'acidité au potentiel de neutralisation et fournissent des informations sur la possibilité des minerais à produire de l'acidité ; et les tests cinétiques utilisés pour la prédiction des DMA à long terme et qui permettent de stimuler les conditions d'altération naturelle in-situ.

Les objectifs spécifiques de notre recherche portent essentiellement sur :

- ✓ L'évaluation d'une méthode biocinétique pour mesurer au laboratoire le potentiel acidogène des rejets provenant de la mine abandonnée de Sidi Kamber. La technique

utilisée se sert de réacteurs de lixiviation, avec ajout de milieu nutritif à la solution lixiviante. Il y a inoculation de chacun des réacteurs (Erlenmeyers) afin de s'assurer du support bactérien.

- ✓ La détermination des niveaux de performance de divers types de retraitements employés, pour diminuer, de façon acceptable, les risques environnementaux.
- ✓ La formulation des recommandations sur la réhabilitation du site minier abandonné de Sidi Kamber et l'application des procédés de traitement, explorés dans notre projet de recherche.

Pour accomplir nos objectifs, nous avons développé quatre chapitres, indépendamment d'une introduction et une conclusion générale. Les deux premiers chapitres sont dédiés à la revue de littérature, tandis que le troisième chapitre concerne la présentation du matériel, les méthodes d'analyse et les essais utilisés. Le chapitre quatre contient les principaux résultats des essais de prédiction du DMA suivis d'une interprétation.

Ainsi, l'originalité de ce travail réside dans le fait de :

- 1) pouvoir étudier la cinétique de prédiction du drainage minier acide par des essais qui soumettent les rejets miniers (provenant d'éventuels scénarios de traitement) à une oxydation contrôlée au laboratoire, et renseignent sur les taux des réactions d'oxydation-neutralisation.
- 2) utiliser une culture bactérienne isolée à partir d'échantillons prélevés de la mine abandonnée de Sidi Kamber. Cette culture a été isolée et acclimatée, en laboratoire du Génie Minier de l'Ecole Nationale Polytechnique, à l'oxydation des sulfures présents dans les échantillons de Sidi Kamber étudiés.
- 3) choisir la voie de recyclage des métaux présents dans les résidus bruts de la mine Sidi Kamber (retraitement des rejets) comme solution au problème du drainage minier acide.
- 4) d'évaluer les éventuels risques environnementaux associés à la disposition dans l'environnement des rejets issus du recyclage des résidus miniers sulfureux.

Chapitre I :
Rejets Miniers et génération d'acidité

1 Généralité sur les rejets miniers

Suite aux développements industriels et aux progrès observés dans le domaine minier, l'exploitation minière prend de plus en plus de l'ampleur. Cette activité minière est sans doute accompagnée de génération de stériles et de rejets au cours des opérations d'exploitation et de valorisation appropriées pour chaque type de gisement.

Durant les travaux miniers et même à l'étape après mine, la génération de grandes quantités de rejets que ce soit solides (gangue), liquides (effluents acides) ou sous forme de boues est inévitable.

Les rejets miniers de traitement représentent les produits issus de l'enrichissement du minerai (rejets de laverie, flottation, gravimétrie...etc.) contenant d'éventuels additifs chimiques (minéraux ou organiques) (figure 1), par conséquent ils sont l'une des plus importantes sources de métaux lourds nocifs à l'écosphère (El Hachimi et al, 2016). Ils pourront porter atteinte à différents éléments de l'environnement, en particulier l'eau, les sols, le paysage, la végétation et l'homme (Benzaazoua, 2010).

A leur tour les mines abandonnées sont une source de contamination et de nuisance pour l'environnement, c'est ce qui pose éventuellement un risque potentiel sur l'écosystème et les habitants des régions minières.

L'Algérie étant un pays très riche en ressources minérales récemment sorti du colonialisme français depuis 58 ans seulement, contient environ 1484 sites miniers en activité ajoutant qu'en plus de ces sites, 346 sites ont été octroyés mais dont les travaux n'ont pas encore été entamés, 78 en préparation, 556 à l'arrêt et 38 abandonnés ; la plupart de ces sites abandonnés sont un vestige du colonialisme qui a abandonné les mines sans aucune réhabilitation du site (FCE, 2016).

La restauration de certains de ces sites présente un défi considérable, compte tenu des problématiques qui peuvent y être associées (par exemple, le drainage minier acide, le drainage minier neutre contaminé, la contamination liée aux activités industrielles afférentes à l'exploitation et à la concentration du minerai, l'entretien d'équipement et de machinerie, la sécurisation des ouvertures souterraines), des superficies affectées, de l'éloignement de certains de ces sites et du contexte de réalisation.

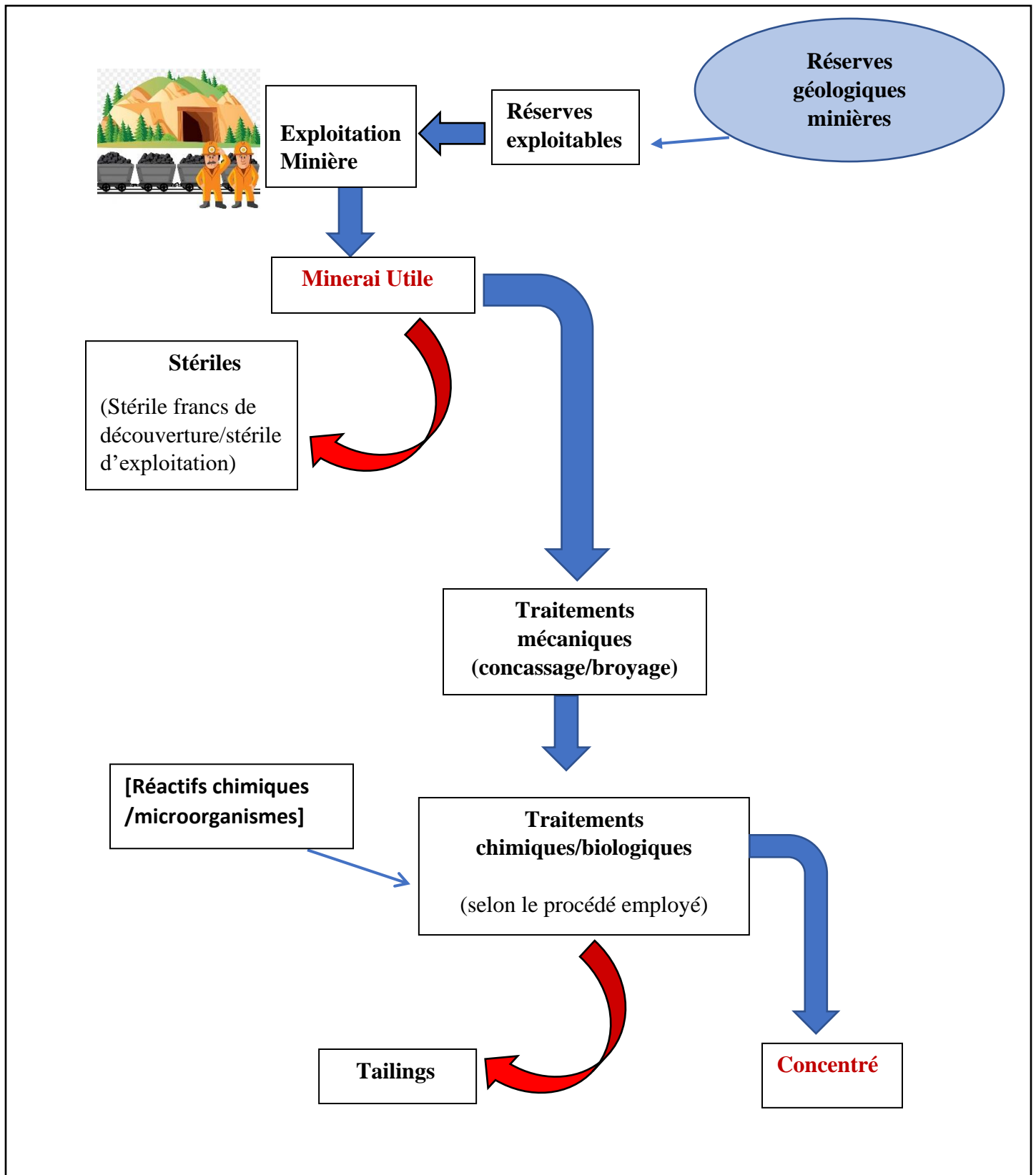


Figure 1: principales étapes d'exploitation minière et traitement du minerai.

2 Drainage Minier Acide

En plus de l'impact négatif des rejets miniers de traitements sur l'esthétique du milieu naturel, ces résidus ont une capacité polluante chimique élevée à cause de leur contenance en métaux résiduels, en sulfures de fer et en éléments traces métalliques (ETM) toxiques (Makhoukh et al,2011). Ajoutant l'action des agents météoriques (eau et air), de nouvelles conditions géochimiques vont régner (oxydation, réduction...etc.) provoquant le transport hydrique et/ou éolien des rejets.

Le milieu aquatique récepteur va être fortement endommagé par les effluents acidifiés et chargés d'ions métalliques produits suite à l'oxydation des minéraux sulfurés contenus dans les rejets miniers (El Hachimi et al,2016). Le phénomène produit se nomme « le Drainage Minier Acide (DMA) » (figure 2).

Le DMA se définit par un écoulement d'eau acide contenant des métaux lourds dissous et résultant de l'oxydation naturelle des stériles, du minerai ou résidus miniers exposés à l'air et à l'eau (Chevalier, 1996).

Généralement, le DMA se caractérise par un pH faible, une haute conductivité, la présence d'un acide minéral (H_2SO_4) et des concentrations élevées en Fe, Al, Mn. Ainsi qu'une concentration en métaux lourds Cu et Zn et d'autres éléments toxiques pouvant gravement contaminer les sols et les eaux souterraines (Chevalier,1996 ; Melanson,2006).

Lorsque des roches renfermant du soufre sont présentes dans une formation rocheuse, les surfaces exposées subiront les effets de l'altération météorique naturelle, l'oxygène et l'eau contenus dans l'atmosphère réagissent avec les sulfures induisant la production de petites quantités d'acide. Le DMA est accéléré du fait de l'accroissement de la surface rocheuse exposée. La pyrite est le sulfure ferreux le plus commun et le plus répandu des minéraux sulfurés (Brassard,1993).

Les bactéries dans les rejets jouent le rôle de catalyseur du processus de génération du DMA, ces microorganismes veillent à l'oxydation du fer ferreux en fer ferrique qui sera ensuite utilisé à leur tour pour l'oxydation des sulfures en sulfates libérant dans le milieu récepteur des protons augmentant ainsi son acidité.

L'oxydation des sulfures est souvent accompagnée de génération d'acidité, mais dans le cas du DNC (Drainage neutre), soit elle n'est pas assez importante pour abaisser le pH sous la zone de neutralité, soit elle est neutralisée par des minéraux acidivores ou neutralisants (Scharer et al, 2000 ; Benzaazoua et al, 2004 ; Xu et al, 2010). Ceux-ci sont le plus souvent des carbonates et des silicates qui neutralisent l'acidité en se dissolvant et en libérant des ions contenant du calcium (Ca), du magnésium (Mg), du manganèse (Mn), de l'aluminium (Al), du sodium (Na), du silicium (Si) et/ou du potassium (K).

Les cellules des organismes vivants sont fortement affectées par la forte acidité créant ainsi un déséquilibre de la balance ionique de leurs membranes, l'hydrolyse ou la dénaturation de ces dernières. Les métaux accumulés dans le sol peuvent aussi toucher et modifier l'information génétique en affectant la réplication de l'ADN et de l'ARN et en désactivant certains systèmes enzymatiques ; cela va engendrer la destruction du système de tampon bicarbonate qui est utilisé

comme source de carbone inorganique chez plusieurs organismes photosynthétiques (Brassard,1993). A un pH d'environ 4.2, les ions carbonate et bicarbonate se transforment en acide carbonique, lequel est perdu sous forme de gaz carbonique.

La toxicité réside dans l'accumulation des métaux lourds contenus dans le DMA par les plantes aquatiques et terrestres, les organismes benthiques (phytoplanctons et zooplanctons) et par les animaux ; par conséquent, tout l'écosystème sera contaminé.

De façon générale, le DMA conduit à de nombreuses conséquences souvent irréversibles tant pour la biodiversité que l'être humain. En effet, il peut y avoir une intoxication directe par les métaux lourds qui est toutefois rare puisque de nombreux systèmes de surveillance sont destinés à mesurer les concentrations de ces métaux dans les produits destinés à la consommation (Berryman et al,2003 ; Pelletier, 2014).

Les sites miniers orphelins sont problématiques puisque personne ne détient la responsabilité d'intervention afin d'effectuer le traitement du DMA. Cet héritage du passé fait encore pression aujourd'hui sur l'environnement posant un risque pour la santé humaine ainsi que des écosystèmes.



Figure 2: Effet du drainage minier acide [cas de la mine de Kettara au Maroc (Nfissi et al. 2018)].

3 Mécanismes de production du drainage minier acide

Le DMA est la résultante de l'exposition des composants des sites miniers (rejets, stériles, travaux souterrains, fissuration des minerais sulfurés...etc.) à l'oxygène et à l'eau présentant un triangle de sommets complémentaires (figure3) et (figure4), l'exclusion d'un de ces sommets aura pour conséquence d'interrompre toutes réactions en cours.

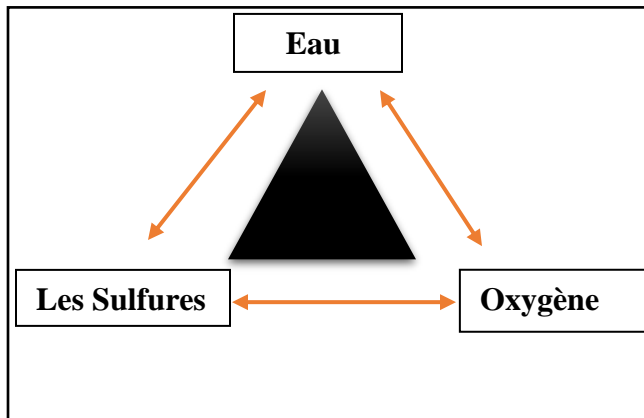


Figure 3:Eléments de production du DMA.

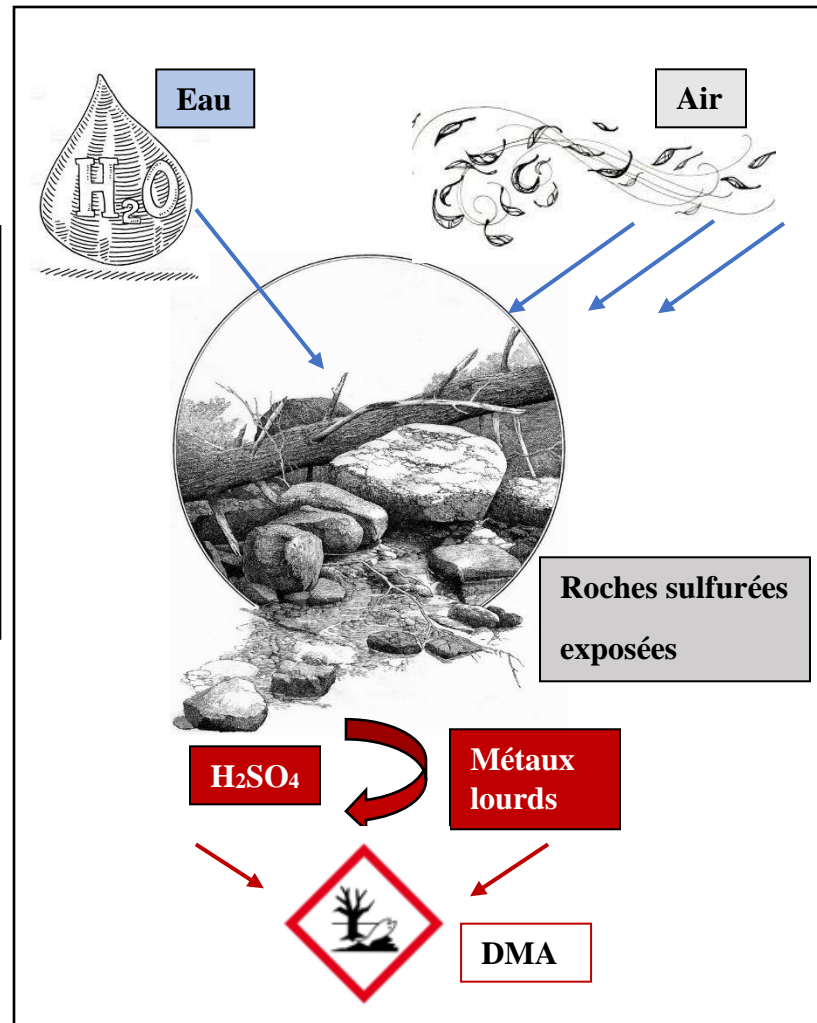
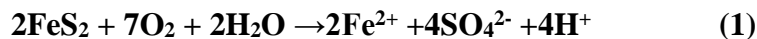


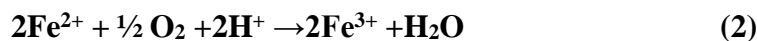
Figure 4: processus de production de DMA.

L'oxydation du minéral sulfuré (prenant l'exemple de la pyrite étant le minéral sulfuré le plus abondant comme mentionné précédemment) se traduit par les équations suivantes selon (Bussière, 2009) :

La première étape est l'oxydation directe de la pyrite par l'O₂ produisant des sulfates et du fer ferreux en générant de l'hydrogène.



Pour la prochaine étape, le fer ferreux est oxydé à son tour en fer ferrique



Aussi, le fer ferreux peut être oxydé pour former l'hydroxyde de fer et l'hydrogène suivant la réaction suivante :



Pour des valeurs de $\text{pH} > 4$, le fer ferrique se précipite en hydroxyde ferrique générant par conséquence plus d'acidité dans l'environnement (réaction 4)



Quant aux valeurs de $\text{pH} < 4$, le fer ferrique reste soluble et peut directement oxyder la pyrite, libérant une quantité plus importante d'acide aux voisinages des zones contaminées.



La réaction globale de l'oxydation de la pyrite s'exprime comme suit :



L'oxydation directe par O_2 aura lieu pour un pH proche de la neutralité ($5 < \text{pH} < 7$) comme montré dans l'équation (1).

L'oxydation indirecte, cas de l'équation (5), est prédominante pour des valeurs de pH très acides ($\text{pH} < 3$).

Il est considéré que la vitesse de la réaction soit contrôlée par l'équation (2). La vitesse est lente pour des valeurs de pH moindres mais augmente rapidement lorsque le pH diminue. L'activité bactérienne joue le rôle d'un catalyseur dans la réaction d'oxydation du fer ferreux en fer ferrique (équation (2)) avec un facteur de vitesse allant de 20 à 1000 fois.

Certaines bactéries peuvent oxyder le sulfure produit durant l'oxydation des sulfures.



L'azote ammoniacal et les petites quantités de phosphate, calcium et magnésium (naturellement présents dans les eaux) deviennent les amorces de la réaction biologique diminuant ainsi la production de DMA. La présence des minéraux acidivores aide dans le processus de neutralisation d'acide sulfurique. Ces minéraux acidivores sont uniquement sensibles au pH et non pas à l'eau ou à l'oxygène dissous (Charbonneau, 2014).

4 Traitement du Drainage minier acide

Malgré l'existence de plusieurs méthodes de traitement de DMA, la durabilité de ces dernières se définit comme facteur critique pour la prise de décision. Plusieurs processus de traitement traditionnel donnent naissance à de nouveaux flux de rejets et de boues nécessitant par la suite d'autres traitement coûteux (Simate et al, 2014).

Le traitement du drainage minier acide peut se regrouper en 2 grandes catégories (chimique dite « Abiotique » et biologique dite « Biotique »), chacune présentera des méthodes actives et autres passives.

La figure ci-dessous (figure5) représente un schéma explicatif des méthodes du traitement du DMA.

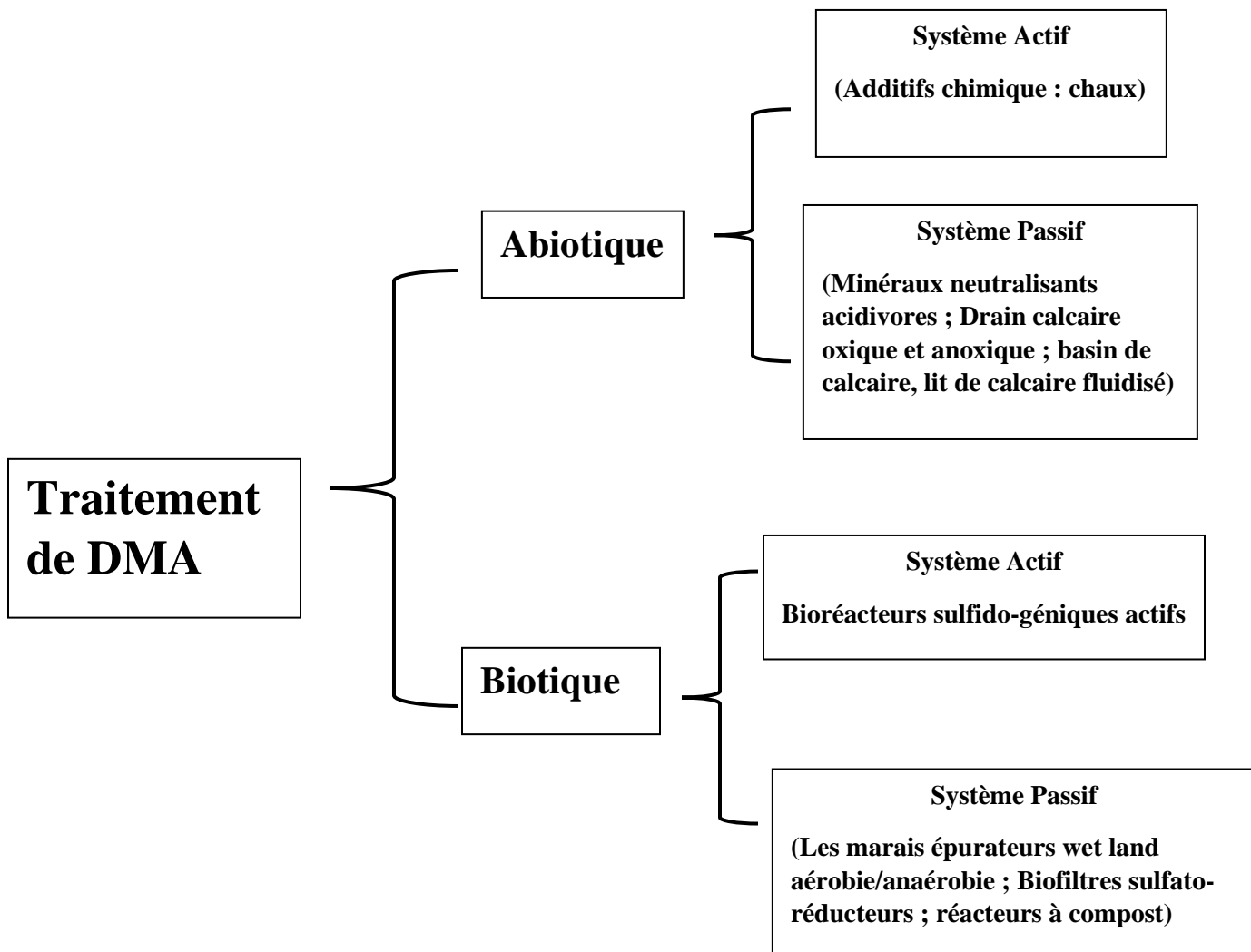


Figure 5: Techniques de traitement du DMA (Dufresne, 2015).

4.1 Traitement abiotique

4.1.1 Système actif

C'est la méthode la plus répandue pour le traitement chimique actif ; les eaux de traitements du parc à résidus miniers vont être canalisées vers un bassin et subissent un traitement en ajoutant des agents chimiques neutralisants comme :

(La chaux, carbonate de soude, soude caustique, hydroxyde de magnésium, sulfure de sodium, l'ammoniac, peroxyde de calcium et les cendres volantes) (Chevalier, 1996).

L'addition de matériaux alcalins va augmenter le pH et accélérer la vitesse de l'oxydation de fer ferreux causant la précipitation des métaux contenus dans la solution sous forme d'hydroxydes et de carbonates. Cependant, cette technique possède aussi des inconvénients, elle s'avère très

coûteuse et productrice de grande quantité de boues qui peuvent contenir des métaux lourds toxiques (Johnson et al,2005). De plus, le stockage de ces boues réclame d'importantes superficies et une séparation des fractions liquides et solides instables (BRGM,2000).

Le traitement par système actif abiotique dans l'industrie est largement répandu (BRGM,2000 ; Pelletier-Allard,2014 ; Lounate,2019 ;). Le projet Manitou -Goldex au Canada illustre bien cette technique ; les résidus de la mine active d'or de Goldex (concentration très faible en sulfure (0.33%)) ont été utilisés comme matériaux neutralisants afin d'augmenter l'alcalinité des effluents acides issus de la mine abandonnée de Manitou (Pelletier-Allard, 2014).

4.1.2 Système Passif

Le concept de cette méthode est d'ajouter de l'alcalinité aux effluents de DMA, par le biais de minéraux acidivores. (Le tableau 1) résume les différents minéraux acidivores utilisés.

Tableau 1: Minéraux neutralisants (Aubertin,2002).

Carbonates	Calcite	CaCO ₃
	Aragonite	CaCO ₃
	Dolomite	CaMg(CO ₃) ₂
	Magnésite	MgCO ₃
	Ankérite	Ca (Fe, Mg) (CO ₃) ₂
	Sidérite	FeCO ₃
	Smithsonite	ZnCO ₃
	Cérusite	PbCO ₃
Hydroxydes	Gibbsite	Al(OH) ₃
	Manganite	Mn(OH) ₂
	Goethite	Fe(OH) ₃
	Brucite	Mg(OH) ₂

Les principales technologies passives abiotiques de traitement de DMA sont : les drains de calcaire oxygène, les drains de calcaire anoxygène, les bassins de calcaire et les lits de calcaire fluidisés (figure6).

- **Le Drain calcaire Oxique (DCO) :**

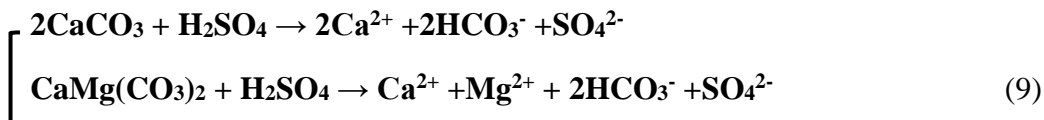
Comme son nom l'indique, ce traitement se fait à l'air libre avec apport d'O₂ atmosphérique et celui dissous dans l'effluent acide. Le DMA va s'écouler sur une couche de calcaire posée sur un géotextile assurant l'étanchéité. De ce fait, une précipitation du fer et aluminium présents dans les DMA aura lieu, suivant la réaction ci-après :



- **Drain calcaire anoxique (DCA) :**

La neutralisation dans ce cas se déroulera dans un milieu anaérobie, le drain de calcaire est alors enterré en étant entouré de géotextile et recouvert d'une couche d'argile garantissant l'imperméabilité.

L'absence d'O₂ dans ce cas évitera le colmatage des drains et limitera la précipitation des hydroxydes selon ces deux réactions :



- **Bassin de calcaire :**

C'est la plus simple des techniques où une couche de calcaire (ou autres matière neutralisante) est déposée à la sortie du canal de traitement rencontrant ainsi les effluents acides.

- **Lit de calcaire fluidisé :**

Il s'agit d'un cylindre conçu en métal ou béton rempli de calcaire, ayant une granulométrie très fine. Un tube entre verticalement dans le cylindre et y introduit l'effluent à quelques centimètres du fond. L'effluent s'écoule dans le lit de calcaire qui est fluidisé par le flux acide lui-même. Le système est continuellement agité ce qui empêche la précipitation des hydroxydes métalliques.

Comme exemple de traitement passif, nous citons le site minier d'Eustis de Sherbrooke au Canada. Des drains de calcaires anoxiques ont été installés afin de diminuer la quantité de métaux en solution et d'augmenter l'alcalinité de l'effluents minier acide (Melanson,2006).

Citons un autre exemple réussi de traitement passif, la mine de cuivre Rosia Poieni (Roumanie). La neutralisation du DMA issu de cette mine abandonnée se fait par une combinaison de méthodes passives [système de drains calcaire anoxique, bactéries acidophiles « *Thiobacillus Ferroxidans* »] (BRGM,2000).

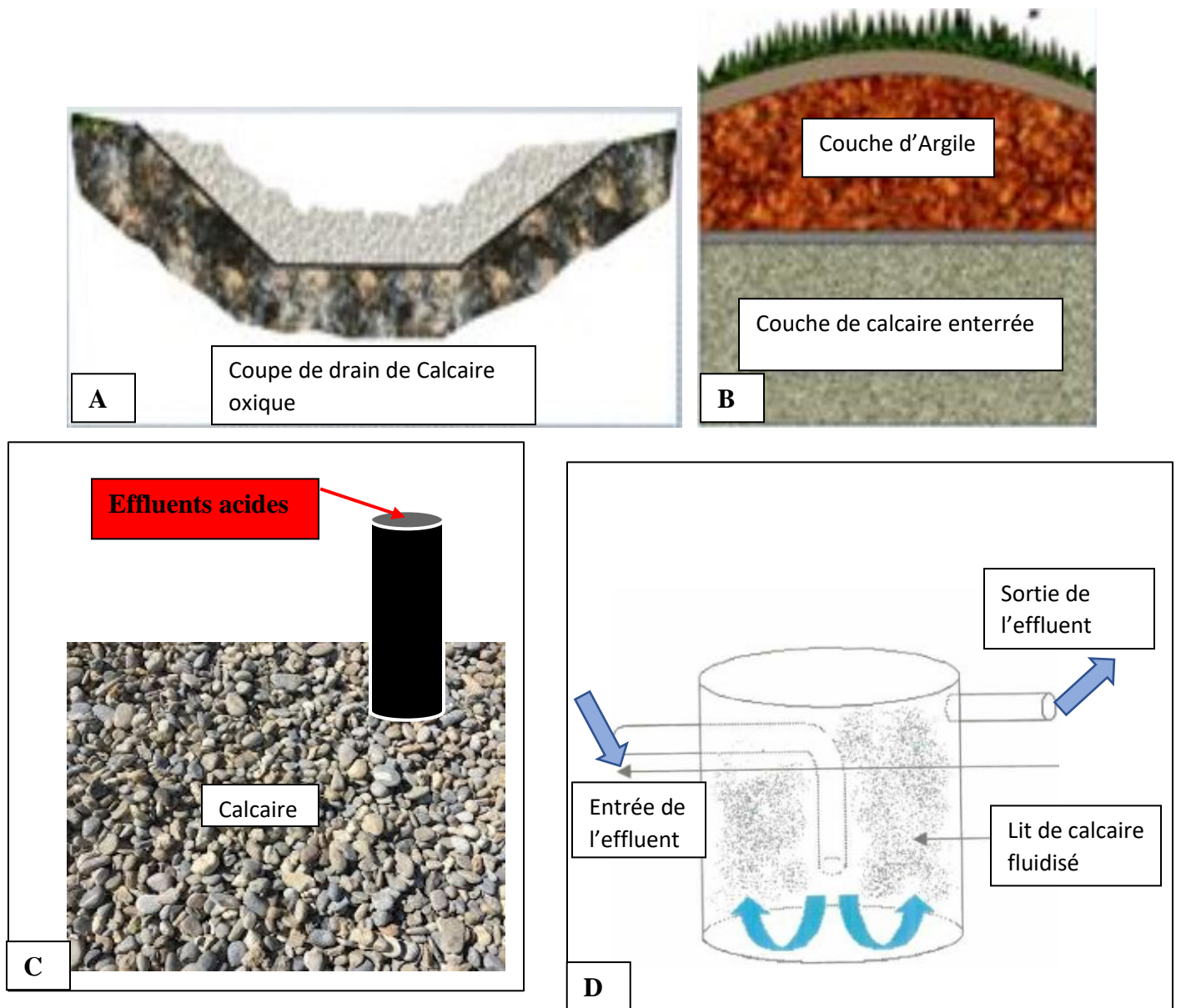


Figure 6: Méthodes abiotiques passives de traitement du DMA [A : DCO ; B : DCA ; C : Drain de calcaire ; D : lit de calcaire fluidisé].

4.2 Traitement biotique

Il s'agit de mécanismes d'assainissement qui favorisent les réactions chimiques et biologiques qui ont lieu naturellement dans l'environnement. Le principe des systèmes de traitement passif consiste à faire circuler les effluents miniers à travers des matériaux ou systèmes vivants qui génèrent suffisamment d'alcalinité et par conséquent diminuer la charge en métaux. Les méthodes passives utilisent généralement des réactions catalysées par des bactéries anaérobies ou aérobies.

Cette méthode possède de nombreux avantages on peut citer : (Melanson,2006).

- ✓ Une faible dépense en énergie et en apport de réactif et de consommation en eau.
- ✓ L'utilisation de matériaux naturels ou de matières résiduelles au lieu de produits chimiques.
- ✓ Aspect esthétique plus satisfaisant.
- ✓ Une efficacité comparable en termes de concentrations résiduelles.
- ✓ La diminution considérable des quantités de boues générées.

4.2.1 Système actif

- **Procédé Pyrolusite :**

Il s'agit d'une méthode brevetée et développée à l'université d'état de Frotzburg, Ivlarlyaiid (Etats-Unis), dédiée aux effluents contenant de fortes teneurs en manganèse. Cette technique associe l'alcalinisation de l'effluent par le calcaire à un phénomène biologique. Les microorganismes sont introduits dans le canal dans des ports d'inoculation ouverts au travers du calcaire et se développent à la surface des blocs de calcaire. Cette méthode conduit à la formation d'oxyde de manganèse également appelé pyrolusite (BRGM,2000).

- **Réacteur a flux vertical "Vertical Flow Reactor (VPR)":**

Repose sur la combinaison d'un traitement par la calcite en milieu anaérobie et d'un traitement par un substrat organique (compost). Ce système est suivi par un bassin de décantation ou d'un bassin de type wetland anaérobie (BRGM, 2000).

4.2.2 Système passif

- **Marais épurateurs (Wet land anaérobie) :**

Il s'agit d'un terrain acide contenant de la matière organique en décomposition. Dans ce terrain, l'épaisseur de l'eau peut varier de [0-10cm] de sorte que les bactéries et les végétaux utilisés (Roseaux, Massette, Carex, Eleocharis Scirpus) consomment l'oxygène dissous dans l'eau et créant ainsi des conditions réductrices favorables à la croissance des bactéries sulfato-réductrices.

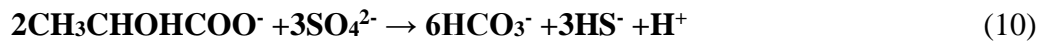
Quant aux **marais aérobie**s, la présence d'oxygène sera assurée par l'aération de l'effluent par les plantes où il y aura des réactions d'adsorption et bioaccumulation (Dufresne,2015).

- **Biofiltre sulfato-réducteur (BSR) :**

Les biofiltres passifs sulfato-réducteurs (BPSR) sont des systèmes anaérobies passifs utilisant un substrat organique pour traiter le DMA (sciure de bois, la luzerne, la paille et l'éthanol) (Dufresne,2015). Lors de leur respiration anaérobie, les bactéries sulfato-réductrices (BSR) oxydent la matière organique. Il y aura production d'ions de sulfure d'hydrogène et bicarbonate lors de ce processus d'oxydation. En présence de ces ions, les métaux dissous précipiteront sous la forme de sulfures, de carbonates ou d'hydroxydes. Il peut également y avoir complexation et échange ionique des métaux avec le substrat organique (Hammack et al., 1994).

Ci-dessous les réactions produites au sein du réacteur :

Oxydation de la matière organique :



Réduction des sulfures :



Il est à noter que durant le processus d'exploitation minière et traitement du minerai, les rejets miniers sont omniprésents et inévitables pouvant produire un DMA suite à la présence de minéraux sulfurés et aux altérations météoriques.

Afin de remédier à ce drainage acide, un traitement visant à précipiter les métaux et diminuer l'acidité doit être mis en place. Des efforts importants visant le développement d'un éventail de techniques de restauration de plus en plus performantes furent déployés, notamment dans le cas le plus critique des mines fermées ou abandonnées. Ces techniques visent à capter et à traiter les eaux susceptibles d'être contaminées à la suite de l'exploitation minière de façon à pouvoir être rejetées dans le milieu récepteur tout en respectant les normes environnementales. Afin de contourner les principales difficultés posées par le traitement actif, des formes de traitement passif sont davantage envisagées pour les sites miniers abandonnés. Ils représentent des solutions qui nécessitent généralement peu d'investissement, un entretien minime et qui sont satisfaisantes à long terme.

Chapitre II :
Méthodes de contrôle du Drainage
Minier Acide

La gestion des rejets miniers constitue l'un des défis de l'industrie minière. Une gestion adéquate est requise pour minimiser l'impact environnemental de ces rejets. Les principaux problèmes environnementaux majeurs liés à la gestion des rejets miniers sont la production du drainage minier acide (DMA), du drainage neutre contaminé (DNC) et le relargage des métaux.

Plusieurs techniques ont été proposées afin de prédire la production du drainage minier acide et permettre une planification de la disposition des rejets.

1 Contrôle du Drainage Minier Acide

Afin de contrôler le drainage minier acide, il est nécessaire de savoir en premier lieu les différentes sources menant à sa génération.

Les travaux à ciel ouverts sont les plus susceptibles de causer le DMA, à cause de l'exposition du minerai aux altérations météoriques. Les stériles et les tailings présentent une source directe de DMA, tandis-que les tas stockés et les boues issues des opérations de traitement sont des sources indirectes (Akcil et al ,2006).

Les sources du drainage minier acide sont classées en deux catégories comme le montre la figure ci-dessous (figure7) :

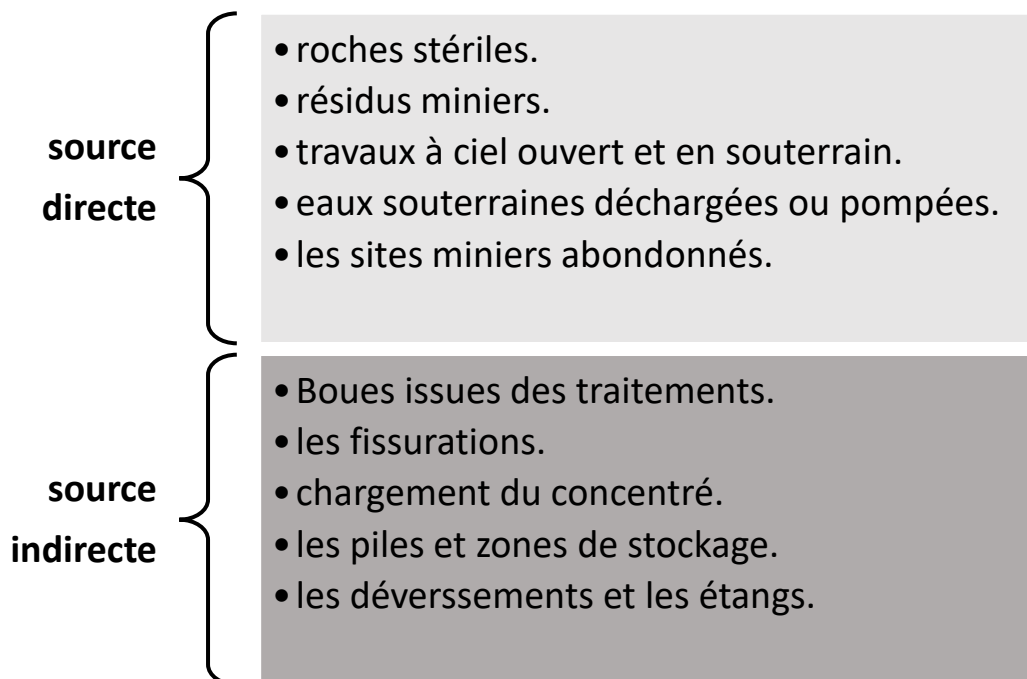


Figure 7: Sources de drainage minier (Akcil et al, 2006).

L'élaboration d'un plan de gestion à long terme des déversements d'eau des mines facilitera leur contrôle. L'entrée des eaux dans les sites générateurs d'acide est contrôlée par un ensemble d'opérations comme (Akcil et al,2006) :

- ✓ Détournement des eaux de surface s'écoulant vers le site de pollution.
- ✓ Prévention de l'infiltration des eaux souterraines dans les zones affectées.
- ✓ Stockage contrôlé des rejets générateurs d'acide.

Le contrôle de DMA se fera en jouant sur trois facteurs (Eau, air et bactérie), il est alors impératif de protéger les minerais sulfureux de ces trois facteurs (Kefeni et al, 2017).

L'enterrement des rejets miniers dans des puits souterrains donnerait la possibilité de réduire d'une façon remarquable le potentiel acidogène des sites miniers. Ces méthodes employées seules ne peuvent pas contrôler la génération du DMA. Dans ce cas, il est recommandable d'associer plusieurs méthodes afin d'en tirer de meilleurs résultats.

La valorisation des rejets miniers est considérée aussi comme une méthode de contrôle, car elle permet d'éviter le risque d'oxydation des minéraux présents dans les tailings. Aussi, les micro-organismes peuvent catalyser la réaction d'oxydation des sulfures en sulfates, ces derniers auront un risque moindre. Par conséquent, le processus de biolixiviation permet également de contrôler le DMA (Brassard,1993).

2 Prédiction du Drainage Minier Acide

Plusieurs outils ont été développés aux cours des années pour la prédiction du DMA et sont classés en deux catégories : les essais de prédiction statiques et les essais de prédiction cinétiques (Brassard,1993).

2.1 Tests statiques

Les essais statiques consistent à comparer le potentiel de production d'acide (PA) au potentiel de neutralisation (PN) afin de prédire la production du DMA (Adam et al. 1997 ; Benzaazoua et al. 2001 ; Bouzahzah et al. 2013). Ce sont des essais simples, peu coûteux et rapides, ils fournissent des informations sur la balance existante entre les minéraux susceptibles de générer l'acidité et ceux ayant le pouvoir de neutraliser cette acidité.

La différence entre le PA et le PN, appelée le potentiel net de neutralisation d'acide ($PNN=PN-PA$), est utilisée pour classer les rejets selon le potentiel de génération d'acide (PGA) (Miller et al. 1991). Le rapport PN/PA est aussi utilisé pour classer les rejets selon leurs potentiels de génération d'acide (Price,2009).

Un minerai est qualifié de générateur d'acidité si son potentiel de génération d'acide est supérieur à son potentiel neutralisant. La durée d'exposition, la minéralogie, la structure et le climat sont des paramètres qui influencent l'intensité de génération d'acide, ce qui procure un caractère purement qualitatif aux tests statiques (Brassard, 1993).

Il existe 3 types de tests statiques suivant la demande du secteur minier. On distingue les essais NAG (Net Acid Generation Test), les tests statiques chimiques et les tests statiques minéralogiques.

Les essais NAG sont effectués en une seule phase, quant aux deux autres types, ils sont réalisés en 2 phases d'où la nécessité de déterminer le potentiel d'acidité (PA) et le potentiel neutralisant (PN) (Bouzahzah et al, 2014).

Ci-après un tableau (tableau 2) récapitulatif des différents tests statiques.

Tableau 2:Types de tests statiques.

NAG	Chimiques	Minéralogiques
<p>-Le PA et le PN sont déterminés en une seule étape.</p> <p>Plusieurs essais NAG ont été développés :</p> <p>-NAG statique (un seul ajout de peroxyde).</p> <p>-NAG séquentiel (plusieurs additions consécutives de peroxyde).</p> <p>- NAG cinétique (approche réaliste) où les paramètres température et pH in situ seront pris en considération.</p>	<p>-Le PA et le PN sont déterminés séparément.</p> <p>- Caractérisation chimique des rejets est indispensable.</p> <p>-Pour la détermination du PN, plusieurs protocoles sont disponibles (Sobek et al. 1978, Lawrance et Wang 1997, Bouzahzah 2013).</p> <p>-Le PN sera déterminé en commençant par un test de fizz afin d'évaluer l'effervescence de l'échantillon suite à l'ajout d'HCl. Par la suite, un titrage à l'NaOH est effectué.</p> <p>- Le PA est facilement déduit par la connaissance du pourcentage du soufre total dans le minerai.</p>	<p>-Le PA et le PN sont déterminés séparément.</p> <p>- Caractérisation minéralogique détaillée est nécessaire (la présence de minéraux neutralisants et acidogènes, leurs proportions dans l'échantillon et leurs réactivités relatives).</p> <p>-Le PN se détermine en suivant l'un des protocoles connus (test de Lawrance et Wang 1997, Bouzahzah 2013...).</p> <p>-Quant au PA, la réactivité relative est introduite par le biais des sulfures les plus communs (chalcopyrite, glène, sphalérite... etc.).</p>

2.2 Tests cinétiques

Différemment aux tests statiques qui sont purement qualitatifs et associés aux erreurs des protocoles employés, les tests cinétiques prennent en considérations les facteurs cinétiques. Les résultats de ces essais servent à la prédiction à long terme de la qualité des eaux de drainage issues des rejets miniers, ils simulant aussi les conditions in situ d'altération naturelle. Ces tests offrent la possibilité de Connaître :

- ✓ La qualité du Drainage du minerai (Drainage Minier Acide ou Drainage Neutre Contaminé).
- ✓ Le taux des réactions d'oxydation des sulfures et de neutralisations.
- ✓ La qualité des eaux de la zone étudiée en évaluant les phénomènes de précipitation secondaire qui auront lieu pendant les essais.
- ✓ L'évolution de la qualité des eaux de drainage avec le temps.
- ✓ La nature des rejets miniers (générateurs d'acidité ou neutralisants).

Il est à noter que ces tests sont très coûteux et s'étalent sur une durée très longue (voir même des années) (Bouzahzah, 2013). La prédiction du potentiel de génération d'acide se réalise par plusieurs séries de lixiviation. Les propriétés électrochimiques des lixiviats seront périodiquement déterminées afin de faire le suivi en fonction du temps (Bouzahzah et al, 2014).

Par ordre croissant d'agressivité, les essais cinétiques sont classés : essai en colonne < essai en cellule d'humidité < essai en mini-cellule d'altération < extracteur Soxhlet (Villeneuve ,2004).

(Le tableau 3) résume les tests cinétiques les plus communs et leurs propriétés.

Tableau 3 : Caractéristiques et propriétés des tests cinétiques les plus répandus.

Essai en cellules humides :	Essai en mini-cellules d'altération :	Essai en colonne :	Essai en parcelles expérimentales de terrain :
<p>-C'est l'essai le plus répandue et utilisé dans l'industrie minière.</p> <p>-Nécessite une grande quantité d'échantillon (environ 1kg).</p> <p>-la facilité de réalisation.</p> <p>-comporte plusieurs cycles et étapes d'où l'intervention journalière de l'opérateur.</p> <p>-la réactivité des échantillon (processus d'oxydation des sulfures) est mise en évidence.</p> <p>-l'échantillon doit être soumis à une saturation optimale assurant une réactivité maximale.</p> <p>-le débit d'air et l'humidité à l'intérieur de la cellule sont contrôlés</p>	<p>-il s'agit d'une version réduite de l'essai en cellules humides.</p> <p>-moins nécessiteux (67g d'échantillon)</p> <p>-plus rapide donnant des résultats convergents.</p> <p>-comporte moins de cycles et nécessite seulement une intervention hebdomadaire.</p> <p>-une réactivité plus élevée par rapport aux essais en cellules humides.</p> <p>-l'échantillon est gardé humide tout en étant entrecoupé par des jets d'air sec simulant les conditions réelles in situ.</p>	<p>-c'est un essai très flexible ayant la possibilité d'être employé sous divers formes techniques.</p> <p>-la possibilité de contrôler le niveau phréatique dans la colonne.</p> <p>-saturation complète ou partielle de l'échantillon selon la pluviométrie à simulé.</p> <p>-il est considéré comme étant l'essai le plus exacte en termes de similitude avec les conditions climatiques du terrain.</p> <p>-Il peut être effectué au laboratoire ou sur terrain à l'aide des barils et valves de collecte du lixiviat.</p>	<p>-il s'agit d'essai in situ à plus grande échelle.</p> <p>-permet d'exploiter les propriétés géochimiques dans le milieu naturel d'entreposage des rejets.</p> <p>-c'est les plus difficiles à réaliser car ils nécessitent l'emploi de la technologie lourde.</p> <p>-le dépôt des rejets subit une lixiviation naturelle sous conditions climatiques du terrain dans son milieu d'origine ainsi permet de fournir les résultats les plus réels par rapport aux autres essais.</p> <p>- la saturation se fait naturellement par les eaux de pluies et les lixiviats se récupéreront après.</p>

3 Microorganismes impliqués dans le processus de biolixiviation

Il s'agit de micro-organismes, unicellulaires et procaryotes dont le génome est constitué d'ADN. Les bactéries sont les entités vivantes les plus utilisées pour la biolixiviation des minerais, elles tirent leurs énergies des nutriments présents dans leurs milieux de développement, afin de se développer et se reproduire.

La classification de Bergey fut la plus adaptée en microbiologie, elle est basée sur :

- ✓ **La morphologie microscopique des bactéries** (Bacilles, Cocci, spiralées, vibrions...etc.)
- ✓ **La morphologie macroscopique** (taille, forme et couleur suivant l'observation des colonies).
- ✓ **La mobilité des bactéries à des températures bien précises.**
- ✓ **La température de croissance des bactéries :** Selon la température optimale de développement, on distingue différentes espèces bactériennes :
 - *Les psychotropes* : se cultivent à 0°C. leur température optimale de croissance est entre 20 à 25 °C.
 - *Les psychrophiles* : ayant comme température maximale 20°C, leur température optimale de croissance est inférieure à 15 °C.
 - *Les cryophiles* : ces bactéries se développent dans les basses températures. Elles sont souvent isolées des matières fécales d'animaux polaires. Leur température optimale de croissance est (- 5 °C).
 - *Les mésophiles* : les températures moyennes de croissance varient entre 25 et 40 °C. L'Optimum est à 37°C.
 - *Les thermophiles* : Les bactéries peuvent vivre et se multiplier entre 50 et 70 °C.
 - *Les hyperthermophiles* : elles survivent dans des milieux où la température est très élevée. La température optimale de croissance entre 70 °C et 110°C.
- ✓ **La coloration Gram** (bactéries à gram positif ou bactéries à gram négatif).
- ✓ **Le mode respiratoire** (selon l'absence ou la présence d'oxygène dans le milieu, nous distinguons :
 - *Les bactéries « aérobies »* vivent seulement en présence d'O₂.
 - *Les bactéries « anaérobies stricts »* vivent seulement dans un milieu totalement dépourvu d'O₂.
 - *Les bactéries vivant en « aérobies /anaérobies facultative »*, dans ce cas, les bactéries se développent en présence ou en absence d'O₂.
 - *Les bactéries « Micro aérophiles »* survivent en présence de concentration d'O₂ inférieures à celle présentes dans l'atmosphère, elles nécessitent des concentrations très élevées de dioxyde de carbone (bactéries capnophiles).
- ✓ **Des besoins en nutriments :**
 - *Bactéries auxotrophes* « exigent la présence des besoins élémentaires (eau, source d'énergie, source de carbone et d'azote et des macros et micro nutriments) ainsi que des facteurs de croissance pour sa nutrition ».

- Bactéries prototrophes « qui synthétisent elles-mêmes les facteurs nécessaires à sa prolifération » nécessitant seulement les besoins élémentaires précédemment cités.
 - Bactéries autotrophes « produisent de la matière organique à partir de la matière inorganique et minérale » c'est le cas des cyanobactéries et bactéries sulfureuses.
 - Bactéries hétérotrophes « qui se nourrissent à partir des matières organiques préexistantes synthétisées par d'autres organismes autotrophes ».
- ✓ **Le Potentiel d'Hydrogène (pH) :**
 Selon la tolérance et l'adaptabilité des bactéries au pH, on cite :
- Les acidophiles « se multiplient à des pH acides ».
 - Les alcalophiles « comme leur nom l'indique elles se reproduisent à des pH alcalins ».
- ✓ **La pression osmotique :**
 La paroi bactérienne est un élément de la structure bactérienne présent chez la plupart des bactéries, elle leur confère notamment leur rigidité et résistance face à la pression osmotique, il existe :
- Les bactéries non-halophiles : la concentration de NaCl dans le milieu est inférieure à 0,2 M.
 - Les espèces halophiles : La concentration de NaCl dans le milieu est supérieure à 0,2 M.
 - Les espèces halotolérantes : elles tolèrent 7.5 à 15% de NaCl dans leurs milieux de développement.
 - Les bactéries osmophiles nécessitent la présence de grandes concentrations de sucre.

L'utilisation des bactéries a pris de l'ampleur dans le domaine minier depuis sa première utilisation dans les années 90, ce procédé fut appelé la « biolixiviation ». Il s'agit de l'emploi des micro-organismes, principalement les bactéries pour la solubilisation des métaux, la décontamination des rejets miniers et aussi le traitement du DMA.

Cette technique est très économique et rentable pour les minerais pauvres et ne présente aucun danger pour l'environnement, ce qui la qualifie amplement pour être introduite dans les chaînes de production afin d'en bénéficier de ces multiples avantages. Il existe 2 types de procédés de biolixiviation statiques et dynamiques, leur emploi dépend fortement de la minéralogie du minerai et de la teneur du métal à extraire.

Les procédés statiques sont employés à l'échelle industrielle, le principe est de faire circuler la solution lixivante à travers le minerai, on cite :

- Le dump leaching (biolixiviation d'amas)
- Le heap leaching (biolixiviation en tas)
- Le vat leaching (biolixiviation en bac)
- In situ leaching (biolixiviation en place)

Quant aux procédés Dynamiques, ils se réalisent au sein de réacteurs soumis à une agitation et une aération. Le minerai à son tour est finement broyé afin d'augmenter la surface spécifique réactionnelle. Ce type de procédés est réservé pour les minerais riches, nous citons :

- La biolixiviation en culture discontinue « Batch » ; utilisée dans la plupart du temps pour l'adaptation, l'étude et l'optimisation des paramètres de culture (pH, rapport solide/liquide, granulométrie, milieu de culture...etc.)
- La biolixiviation en culture continu : Elle permet d'accélérer l'acclimatation de la souche bactérienne et de catalyser les réactions. Ce procédé dépend de plusieurs paramètres comme :
 - La biodégradabilité du minerai et sa teneur en sulfure.
 - Le degré d'attaque nécessaire pour libérer le métal des sulfures.
 - Le temps de rétention afin d'éviter le lessivage des bactéries.

Selon le type trophique des bactéries, on distingue les bactéries chimiolithotrophes qui n'ont besoin ni de lumière de soleil ni de matière organique pour se développer ; elles transforment les matières inorganiques comme le CO₂ en matières organiques qu'elles utiliseront par la suite en tant que nutriment. Ces bactéries chimiolithotrophes sont impliquées dans le processus de biolixiviation des sulfures métalliques (Guy Nkulu ,2012).

Parmi ces dernières, les espèces acidithiobacillus et leptospirillum sont connus par leur croissance dans les milieux acides d'où la qualification de bactéries acidiphiles (figure8).

Les bactéries mésophiles sont les plus utilisées dans les applications industrielles suite à leur disponibilité et adaptabilité au milieu.

Acidithiobacillus Ferroxidans :

C'est une bactérie gram négatif, considérée comme chimiolithotrophe car elle oxyde le soufre contenu dans les minéraux sulfurés afin d'en tirer son énergie ; cela est accompagné par la production des ions H⁺ abaissant ainsi le pH.

Les souches bactériennes de cette espèce diffèrent par leur physiologie, morphologie ou croissance suivant la cinétique d'oxydation de fer. Le transport d'électron a été caractérisé par 2 méthodes : selon (Rolwerder et al en 2003), le transport d'électrons est assuré par les EPS (Substances Polymériques Extracellulaires) ; en opposé, (Blake et al en 2001) indiquent que le transport s'effectue à partir d'une protéine appelée aporusticyanine (Guy Nkulu ,2012).

-Acidithiobacillus Thiooxidans :

Cette bactérie présente des similitudes avec la bactérie Acidithiobacillus Ferroxidans en termes de morphologie et de taille, or l'Acidithiobacillus Thiooxidans catalyse seulement l'oxydation du soufre et ses composés et non pas celle du fer contenu dans les sulfures.

- Leptospirillum Ferrooxidans :

Il s'agit d'une bactérie spiralée et acidophile qui catalyse uniquement l'oxydation du fer ferreux et différents sulfures métalliques nécessitant le CO₂ atmosphérique et l'O₂, ce dernier est utilisé comme accepteur final d'électrons.

Cependant, les diverses recherches ont montré que pour une biolixiviation avec de meilleur rendement, il est préférable d'employer des souches bactériennes mixtes d'Acidithiobacillus et de Leptospirillum provenant des sites naturels que d'employer uniquement des cultures pures de chaque espèce séparément (Guy Nkulu ,2012).

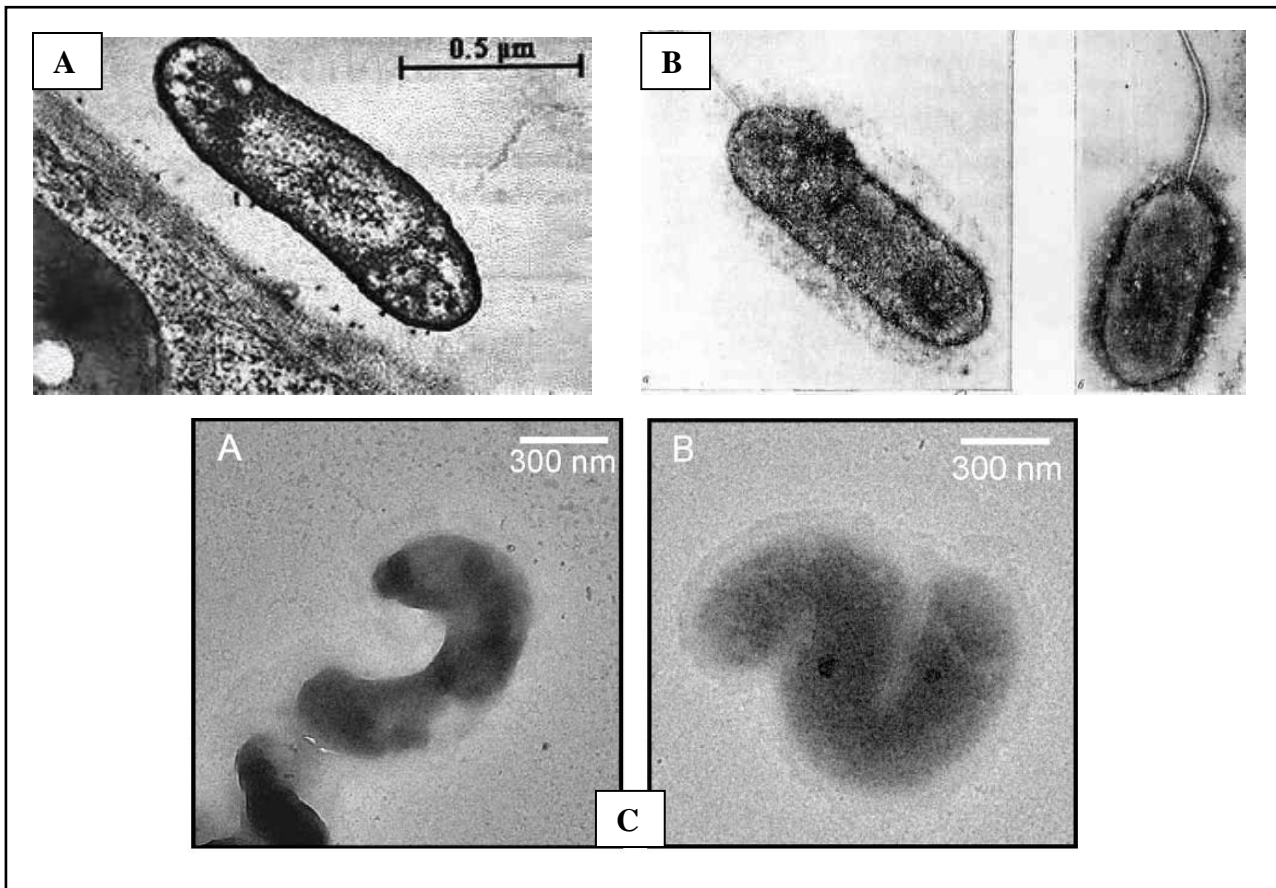


Figure 8: Observation des bactéries mésophiles au microscope à transmission [A: Acidithiobacillus Ferrooxidans ; B: Acidithiobacillus Thiooxidans ; C: Leptospirillum Ferrooxidans] (encyclopédie Alchetron ; Nkulu Wa Ngoie, 2012).

Le (tableau 4) récapitule les espèces les plus utilisées dans la biolixiviation des sulfures métalliques selon leur température optimale de croissance.

Tableau 4: Principales espèces bactériennes impliquées dans la biolixiviation des sulfures métalliques.

Type de bactérie (selon la température optimale)	Nom de la bactérie	Caractéristiques
Mésophile	<i>Acidithiobacillus ferroxidans</i>	Elles tirent leur énergie de l'oxydation du fer et de l'oxydation de composés Sulfurés (soufre élémentaire, sulfure, thiosulfates, sulfates).
	<i>Acidithiobacillus thioxidans</i>	
	<i>Leptosperillum</i>	
Thermophiles modérées	<i>Acidithiobacillus caldus</i>	Leur source d'énergie est l'oxydation du fer ainsi que l'oxydation des espèces réduites du soufre et de sulfures métalliques.
	<i>Sulfobacillus</i>	
	<i>Thermosulfidooxidans</i>	
	<i>Sulfobacillus acidophilus</i>	
	<i>Acidimicrobium</i>	
Thermophiles extrêmes	<i>Sulfolobus acidocadarius</i>	-Des petites bactéries sphériques, elles tolèrent des valeurs de pH très acides (de l'ordre de 0,8).
	<i>Sulfolobus brierleyi</i>	
	<i>Sulfolobus sulfataricus</i>	Elles obtiennent leur source d'énergie à partir de l'oxydation de fer et celle des composés réduits du soufre et de sulfures métalliques.

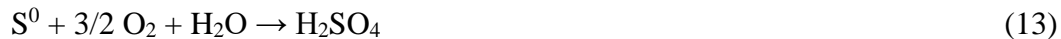
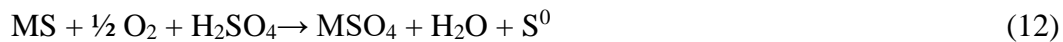
4 Mécanismes de biolixiviation des sulfures métalliques

Deux mécanismes sont généralement décrits dans le processus de biolixiviation des sulfures métalliques à savoir le mécanisme direct et le mécanisme indirect (figure 9).

4.1 Biolixiviation par mécanisme de contact (ou mécanisme direct)

Les bactéries sont directement attachées à la surface du minerai et oxydent les sulfures en sulfates par des biais biologiques enzymatiques. Par conséquent, la surface spécifique de contact est très importante afin d'assurer un bon contact.

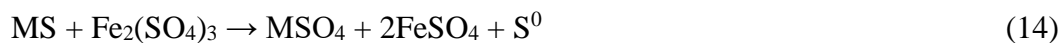
Les sulfures sont généralement insolubles dans les milieux acides contrairement à leurs sulfates ; le soufre produit est ensuite éliminé par l'activité des bactéries produisant ainsi de l'acide sulfurique, cela est illustré dans les réactions suivantes :



4.2 Biolixiviation par mécanisme indirect

Dans ce cas, l'action des bactéries n'est pas directe. Elles oxydent les ions ferreux en ions ferriques qui vont à leurs tours oxyder les sulfures contenus dans le minerai.

La réaction principale du mécanisme indirect de biolixiviation est la suivante :



Le soufre est ensuite oxydé par les bactéries en acide sulfurique comme dans la réaction (13).

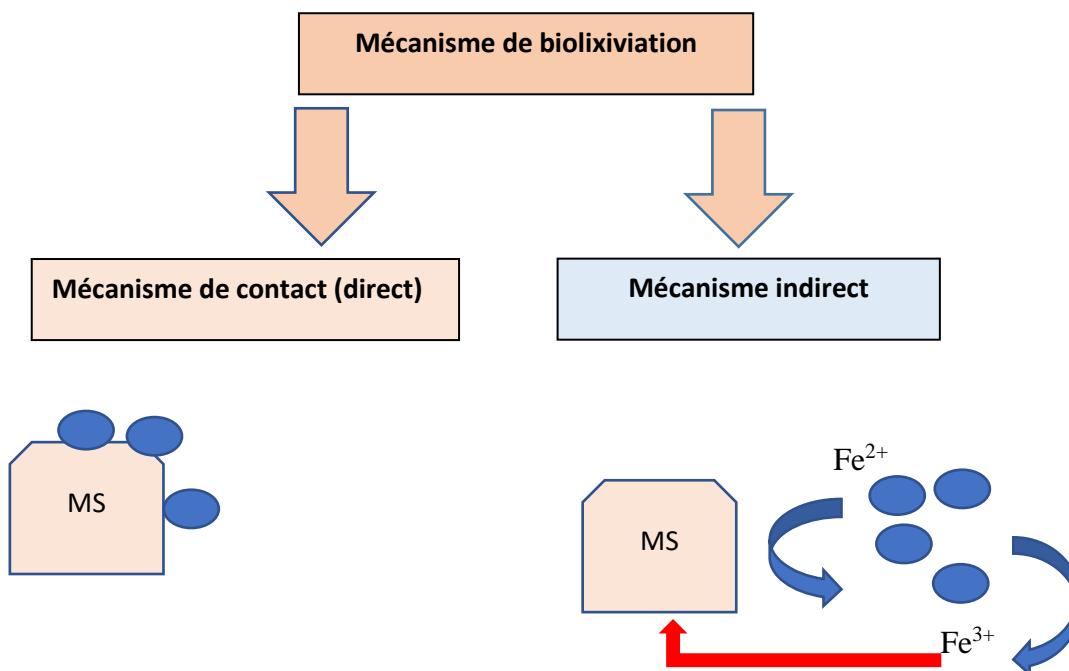


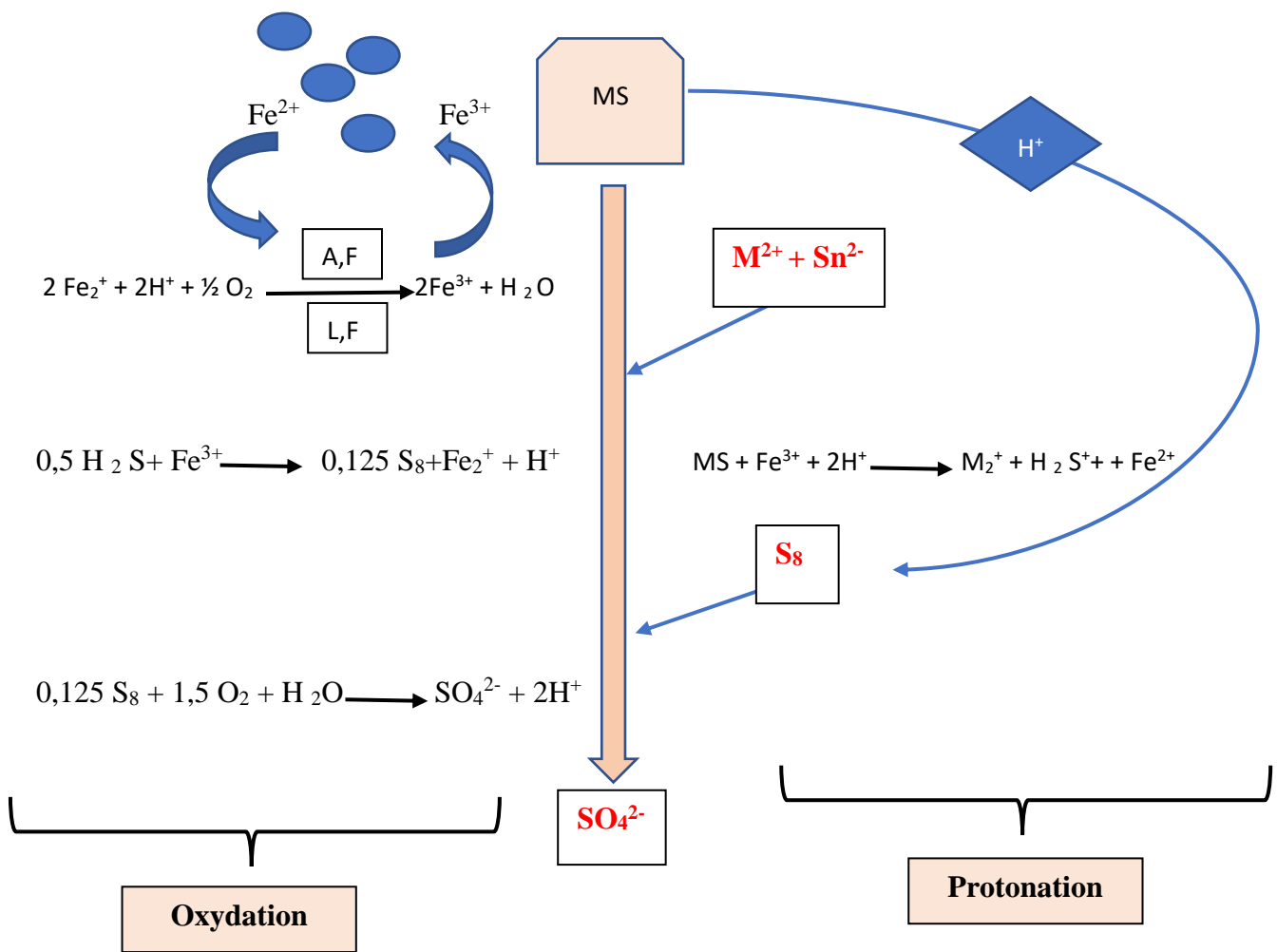
Figure 9: Mécanisme de contact et de non contact de biolixiviation.

La solubilité des sulfures métalliques en présence des ions H^+ est différente d'un minéral à un autre, cela est traduit par la structure électronique des sulfures et la nature de liaison entre les atomes de soufre et du métal. Par conséquent, les sulfures de métaux seront attaqués par oxydation ou par protonation (Nkulu Wa Ngoie,2012).

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

Il s'agit d'une chaîne de réactions en milieu acide, où les ions ferriques issus de l'activité bactérienne (*Acidithiobacillus ferrooxidans* et *Leptospirillum ferrooxidans*) coopèrent avec les protons et le soufre élémentaire en présence de l'oxygène (figure 10).

Les bactéries oxydent le fer ferreux en fer ferrique qui sera utilisé pour oxyder à son tour le sulfure métallique, l' H_2S produit va contribuer à la production du soufre élémentaire qui, par le biais biologique sera oxydé (Nkulu Wa Ngoie,2012).



A,F : Acidithiobacillus Ferroxidans

L,F : Leptospirillum Ferroxidans

Figure 10: Mécanisme de lixiviation polysulfure par voie chimique et biologique (Schippers et Sand ,1999).

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

La protonation est absente pour ce type de métaux acido-insolubles, la lixiviation est purement biologique. Les ions ferriques produits par les microorganismes oxydent les sulfures de métaux et les thiosulfates produits mènent à la formation d'acide sulfurique (figure 11).

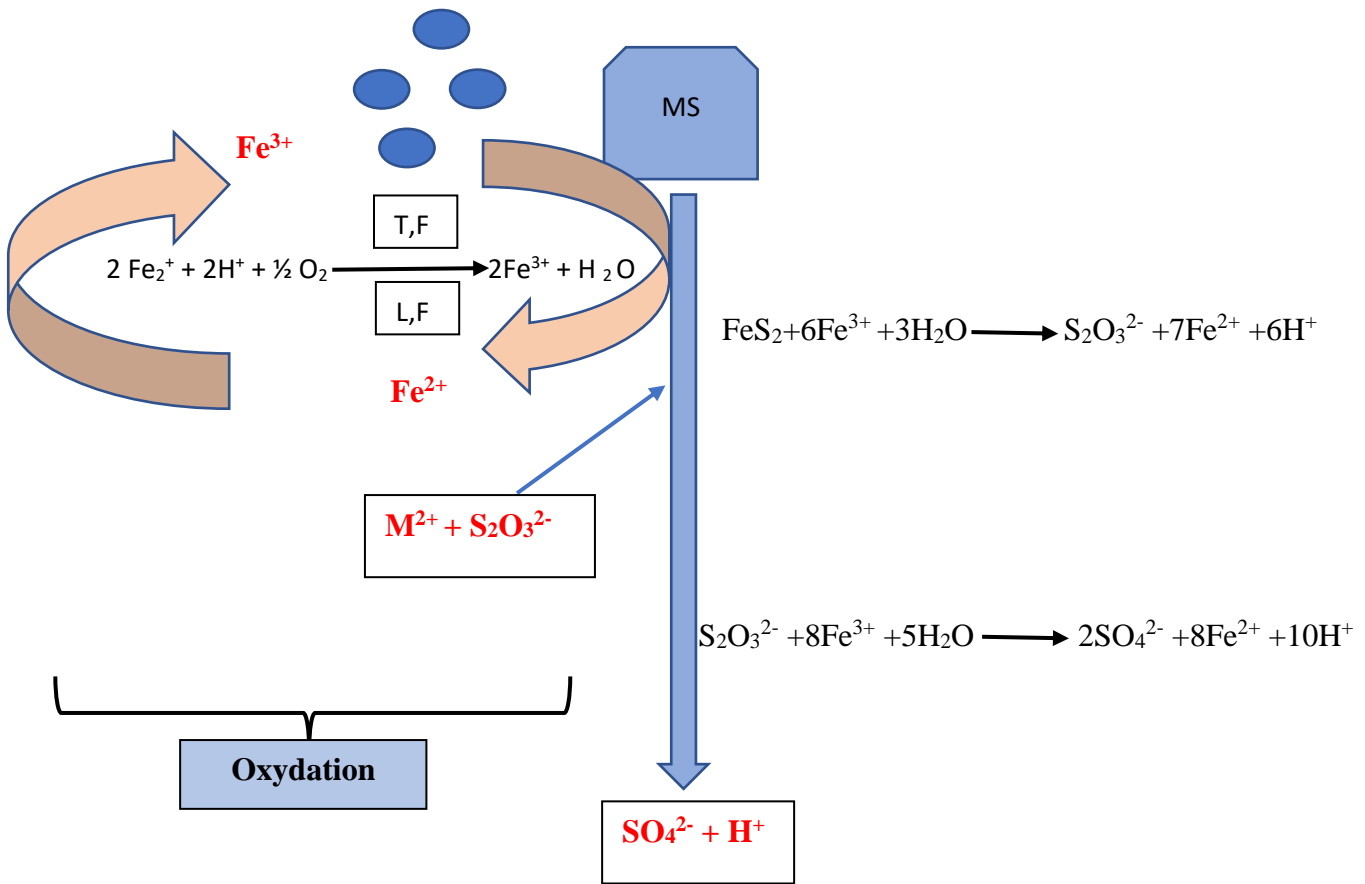


Figure 11: Mécanisme de lixiviation thiosulfate par voie biologique (Schippers et Sand ,1999).

D'après Rawlings et al (1999), les mécanismes de biolixiviation se divisent en 3 types : Mécanisme de contact, de non-contact et coopératif. Comme montré dans la (figure 12).

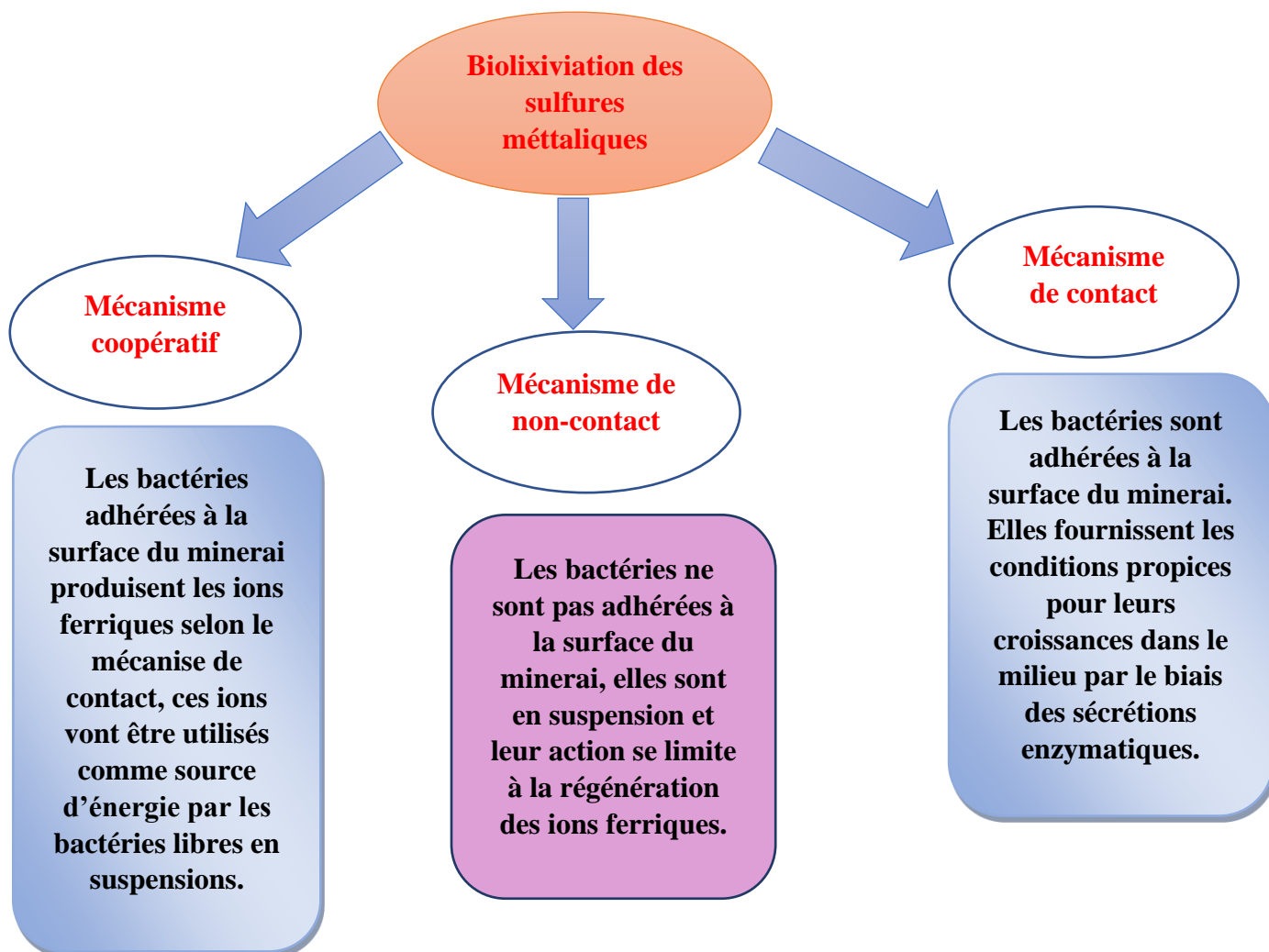


Figure 12: Mécanismes de biolixiviation des sulfures métalliques (Rawlings et al,1999).

5 Paramètres influençant la biolixiviation des sulfures métalliques

Nous citons ci-dessous l'ensemble des paramètres qui influent sur le processus de biolixiviation :

- ✓ Type de microorganismes impliqués dans le processus.
- ✓ PH du milieu (acide ou alcalin).
- ✓ La température et les conditions environnementales.
- ✓ Concentration des éléments métalliques dans le minerai.
- ✓ La disponibilité et le type de nutriments.
- ✓ L'oxygène dissous dans le milieu.
- ✓ La granulométrie du minerai.
- ✓ La densité de la pulpe.

La figure (13) regroupe les éléments essentiels qui agissent sur la biolixiviation des sulfures métalliques.

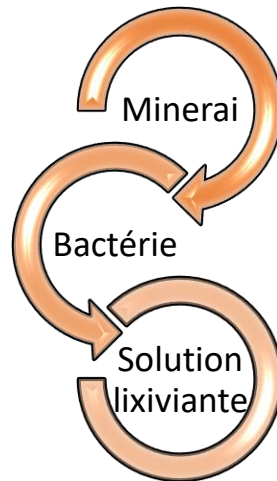


Figure 13: Facteurs d'influence sur la biolixiviation des sulfures métalliques.

6 Croissance bactérienne en milieu non renouvelé

La croissance bactérienne passe par 4 importantes phases (figure 14) :

- **Phase de latence** : Elle correspond à l'adaptation au milieu où le taux de croissance est nul. La durée de cette phase diffère d'une souche bactérienne à une autre, c'est le temps nécessaire aux bactéries pour synthétiser les enzymes adéquats.
- **Phase exponentielle** : Le taux de croissance durant cette phase est maximal. Les bactéries se multiplient en une durée très courte grâce à la disponibilité des nutriments et des facteurs enzymatiques.
- **Phase stationnaire** : Faute de non renouvellement du milieu nutritif, les déchets métaboliques s'accumulent. Par conséquent, le nombre de bactéries mortes est équivalent à celui qui se multiplie, le taux de croissance est alors nul.
- **Phase de déclin** : La multiplication bactérienne s'arrête à cause de l'épuisement des nutriments et l'accumulation des déchets métaboliques toxiques. Toutes les bactéries meurent par lyse cellulaire, le taux de croissance devient donc négatif.

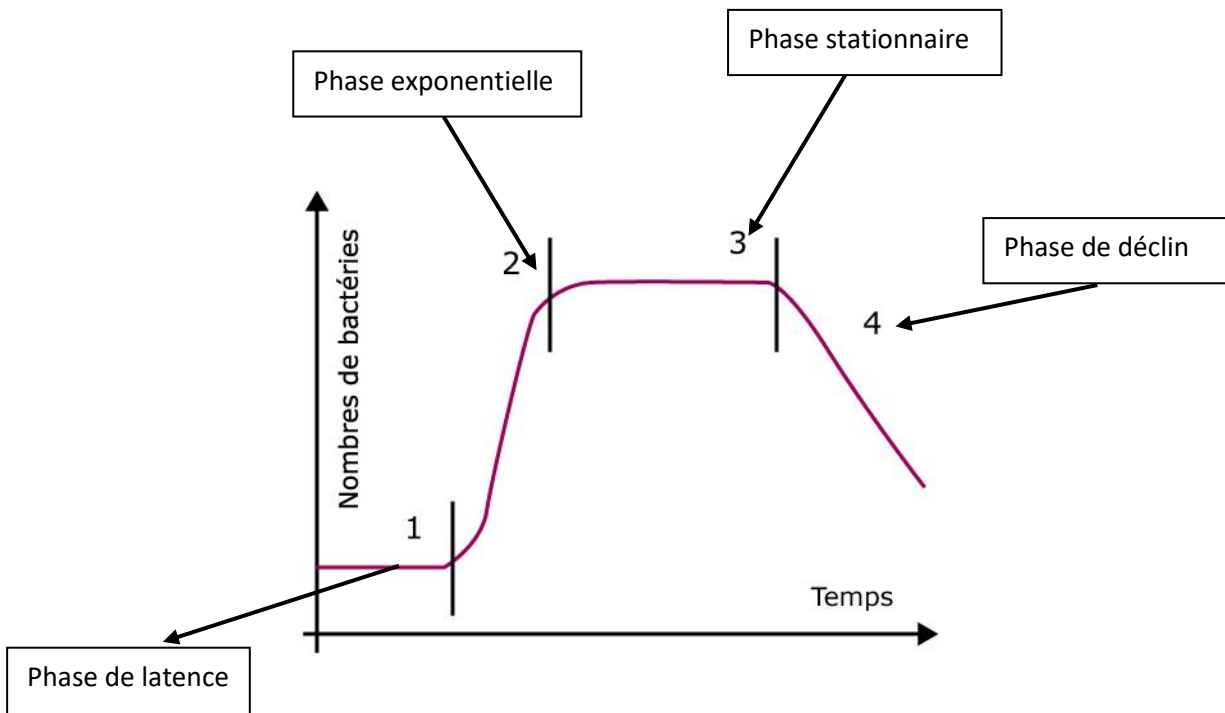


Figure 14: Courbe de croissance bactérienne.

7 Présentation du site (Mine abandonnée de Sidi Kamber)

La mine abandonnée de Sidi Kamber est une mine polymétallique (Zinc -plomb -baryte) située au nord algérien sur le littoral méditerranéen, elle se trouve à 36km de l'est de la ville de Skikda commune (Oum Toub) (figure 15).

Elle est limitée par les communes suivantes : à l'Est : par Sidi Mezghiche ; au Sud : par Béni Ouelbane ; au Nord : par Tamalous, Bin El-Ouidane ; et à l'Ouest par Ain Kechera et les willayas de Jijel et Mila. Un climat méditerranéen règne sur la région (un hiver humide et frais et un été sec et aride). Les précipitations annuelles peuvent atteindre jusqu'à 1500mm (Issaad et al,2019).

La mine parcourt la région d'Oued Essouk, un des principaux oueds qui alimente le barrage de Guénitra.

La mine fut exploitée par les Romains, qui y firent de grands travaux. Une série de filons recèlent de la blende barytique, de la galène, de la cérusite, du cinabre et de la pyrite.

L'exploitation minière a débuté en 1889 (filons Dar El-Hanout) par « la société des mines de Sidi Kamber » et a duré 72 ans, avant que la société Nationale « SONAREM » actuellement connue sous le nom « ORGM » reprend l'activité minière. La teneur en minerai était 17,66% et 18,88% en zinc et en plomb respectivement.

La nationalisation de la mine fut en 1966, la galène a été traitée par séparation gravimétrique tandis que la sphalérite par flottation ; en 1976 la production de plomb et zinc a été abandonnée pour l'exploitation de la baryte. En 1984, l'activité minière a été définitivement abandonnée (Issaad et al, 2019).

Par conséquent, les résidus provenant de cette mine ont été exposés aux conditions climatiques (comme la dissolution, l'oxydation minérale, etc) qui favorisent la mobilité de métaux toxiques dans l'environnement.

Du point de vue géologique, la région d'étude (Sidi Kamber) fait partie du socle kabyle, entité paléogéographique du domaine interne de la chaîne Alpine (chaîne des Maghrébides) en Algérie du Nord-orientale. Le minerai extrait est composé de huit veines de quartz principalement encaissé dans les formations de gneiss et de granulite du socle métamorphique de Kabylie précambrienne (Mahdjoub et al. 1997 ; Aubouin et coll. 2018 ; Issaad et al, 2019). La minéralisation est constituée de minéraux sulfurés tels que la pyrite, la pyrrhotite, la marcassite, la sphalérite et la galène, tandis que les minéraux de gangue sont constitués de magnétite et de barytine (Issaad et al., 2019).

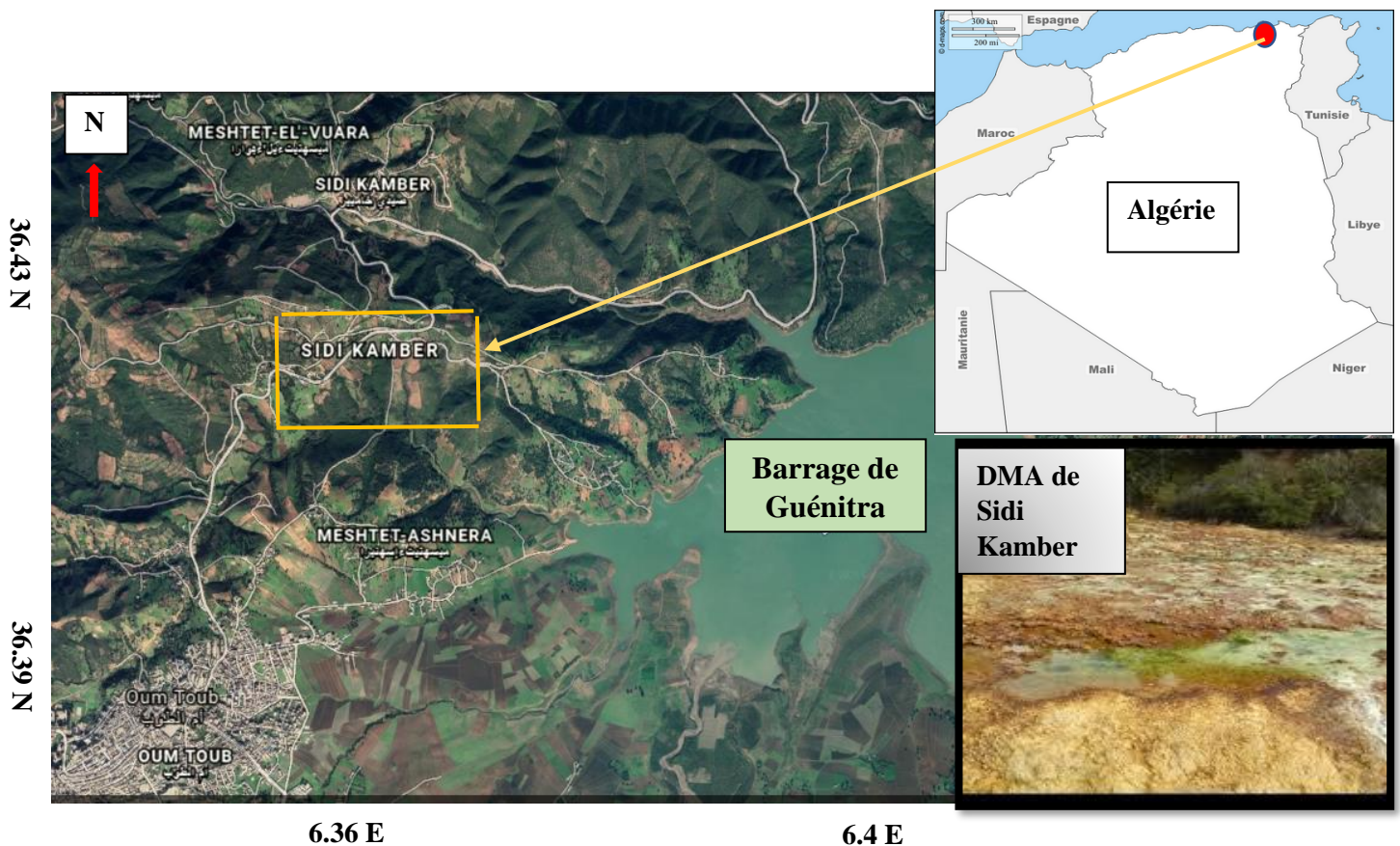


Figure 15: Localisation géographique de la mine de Sidi Kamber.

Chapitre III :

Matériels et Méthodes

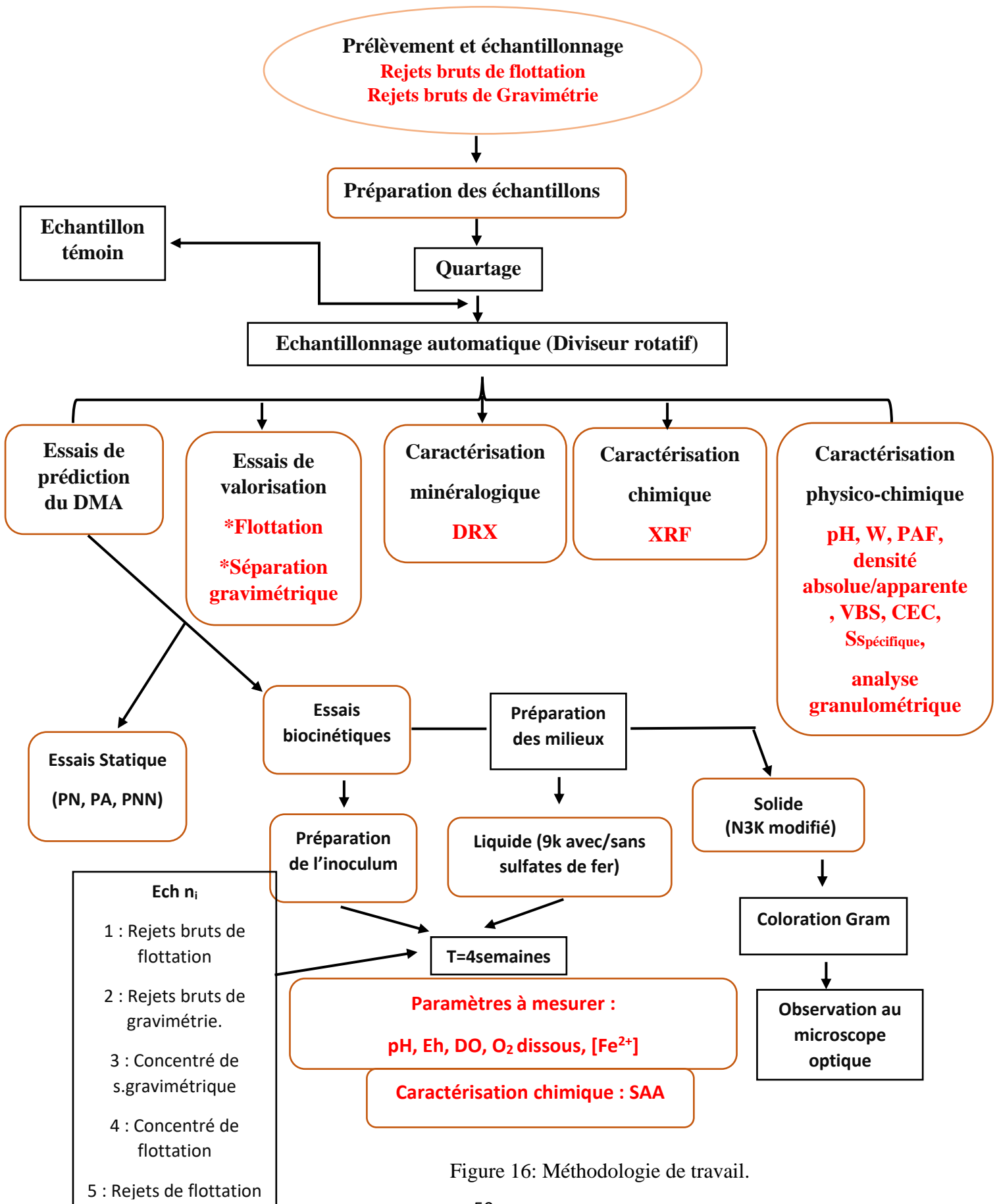


Figure 16: Méthodologie de travail.

Le présent chapitre concerne les différentes méthodes utilisées, ainsi que le matériel employé pour la réalisation des expérimentations. Ceci passe par une caractérisation physicochimique, minéralogique, chimique, une application des procédés minéralurgiques et enfin, la réalisation des tests biocinétiques qui font l'objet de ce projet.

1. Prélèvement et préparation des échantillons

1.1 Echantillonnage

Le prélèvement des échantillons au sein de la région minière de Sidi Kamber à Skikda s'est effectué selon deux tas existants exposés à l'air. Un tas de dépôt des rejets bruts de flottation et un autre de rejets bruts de séparation gravimétrique.



Figure 16 : vue générale de la mine de Sidi Kamber (Merchichi,2019).



Figure 17:Rejets bruts de traitement du minerai de Sidi Kamber (Merchichi,2019).

Les points d'échantillonnage ont été sélectionnés selon les deux tas des rejets de traitement. Des points à l'intérieur de ces zones ont été choisis ; la figure ci-après illustre clairement les 6 points d'échantillonnage, suivie d'un tableau qui précise leurs coordonnées géographiques.

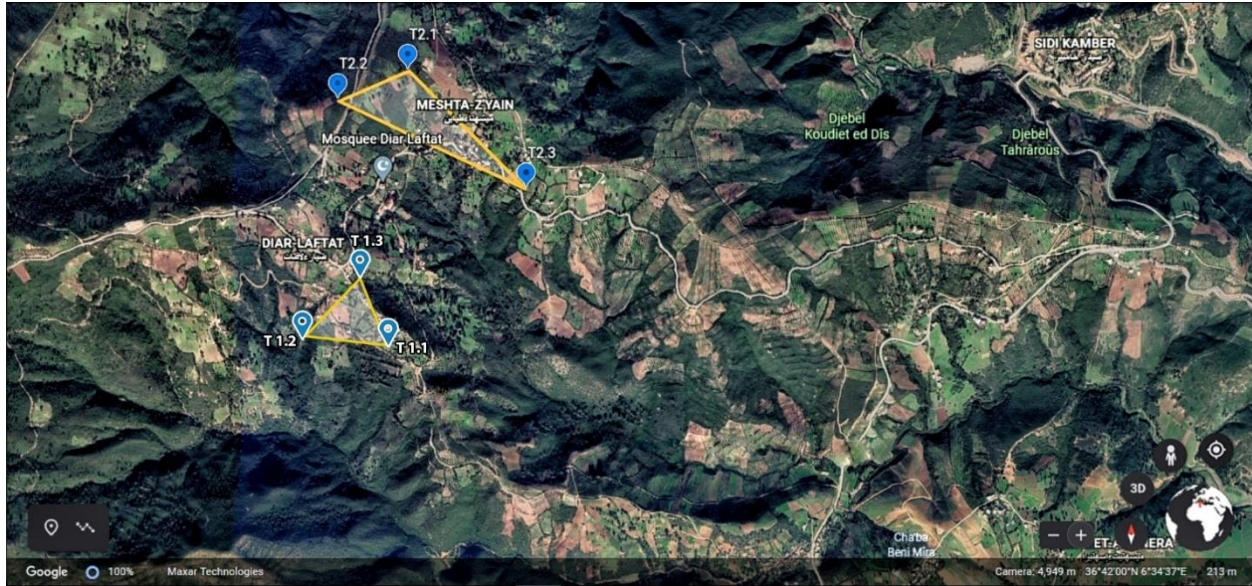


Figure 18: projection des points d'échantillonnage dans la zone minière de Sidi Kamber.

Tableau5 : Coordonnées géographiques des points d'échantillonnages.

Point d'échantillonnage	Longitude	Latitude
T1.1	36°42'26.0" N	6°33'33.0" E
T1.2	36°42'28.0" N	6°33'17.0" E
T1.3	36°42'36.0" N	6°33'27.0" E
T2.1	36°43'01.02" N	6°33'36.0" E
T2.2	36°42'57.06" N	6°33'25.02" E
T2.3	36°42'46.08" N	6°33'54.0" E

Avant de déterminer les propriétés physiques, il est primordial de passer par une préparation mécanique de l'échantillon afin de fournir un échantillon représentatif de petit volume à des fins d'analyse. La présente section décrit les exigences minimales d'échantillonnage et explique certaines des techniques plus complexes.

1.2 Préparation des échantillons

1.21 Quartage

Le minerai est étalé sous forme de cercle, puis divisé en quatre quarts égaux. Seulement les 2 quarts opposés seront pris en considération, tandis que les deux autres resteront comme témoins.

1.2.2 Echantillonnage automatique

Un échantillonnage intermédiaire s'est effectué à l'aide d'un diviseur d'échantillons à cônes rotatifs (Retsch) qui permet de diviser facilement en huit parties représentatives la totalité d'un échantillon initial, chaque partie étant recueillie dans un flacon de manière séparée.

Les échantillons obtenus seront placés dans des sacs étiquetés. À la fin de cette étape les échantillons seront ainsi préparés aux traitements.

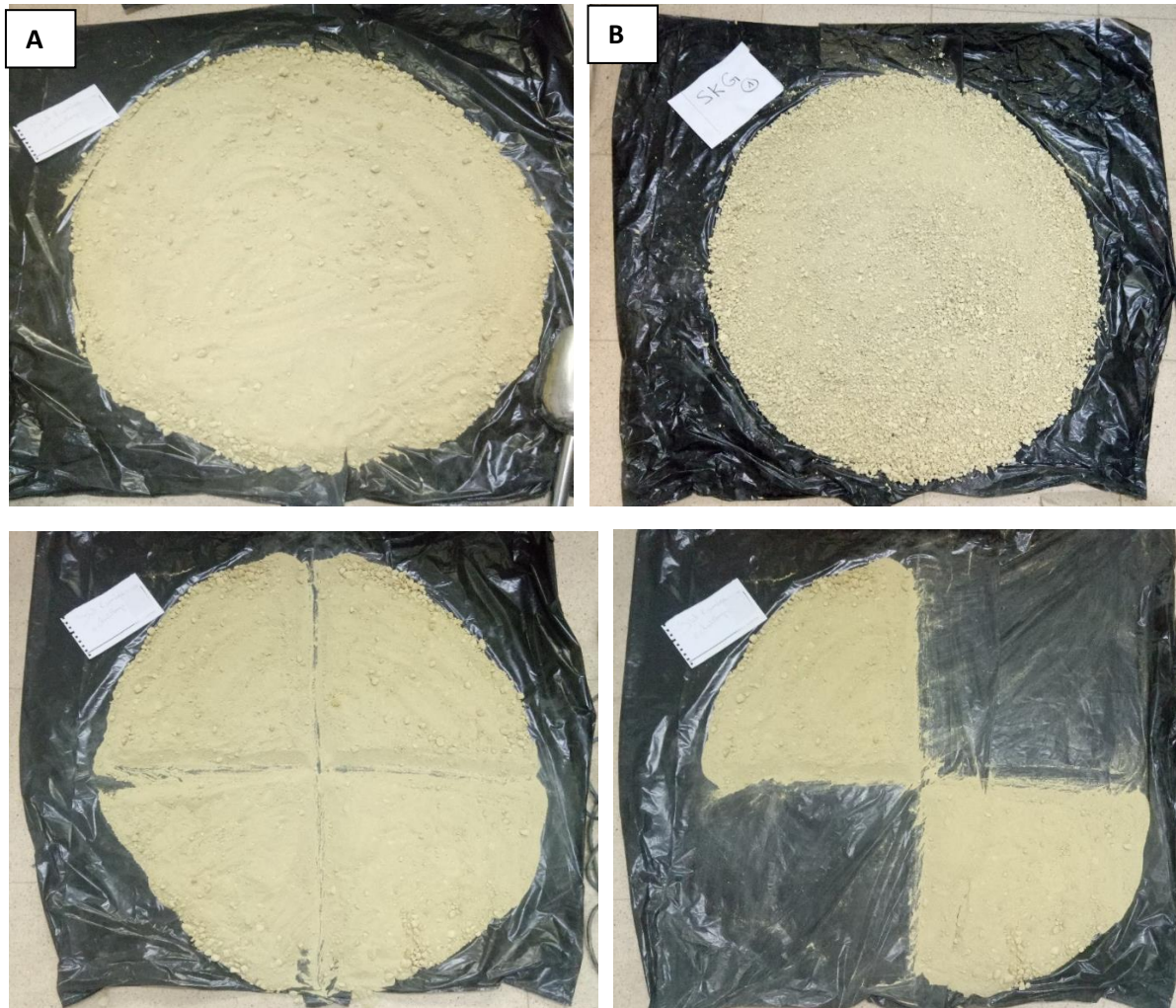


Figure 19: Quartage des échantillons de Sidi Kamber [A : rejets bruts de flottation ; B : rejets bruts de séparation gravimétrique].



Figure 20: Echantillonneur automatique.



Figure 21: Echantillons représentatifs.

2 Caractérisation des échantillons

Les propriétés physiques recherchées sont : le pH, la teneur en eau, la porosité, la perte au feu (PAF), la densité apparente /absolue et enfin la surface spécifique et la capacité d'échange cationique (CEC).

2.1 Caractérisation physico-chimique

2.1.1 Détermination du Potentiel Hydrogène (pH) [norme : ISO 10390 :2005]

Le pH des échantillons de Sidi Kamber (rejets bruts de Flottation et rejets bruts de séparation gravimétrique) se détermine en effectuant un rapport Solide/liquide « 1/5 ».

20g d'échantillon sont introduits dans 100ml d'eau distillée, la pulpe subira 3 fois une agitation magnétique pendant 30 secondes puis 20 minutes de repos.

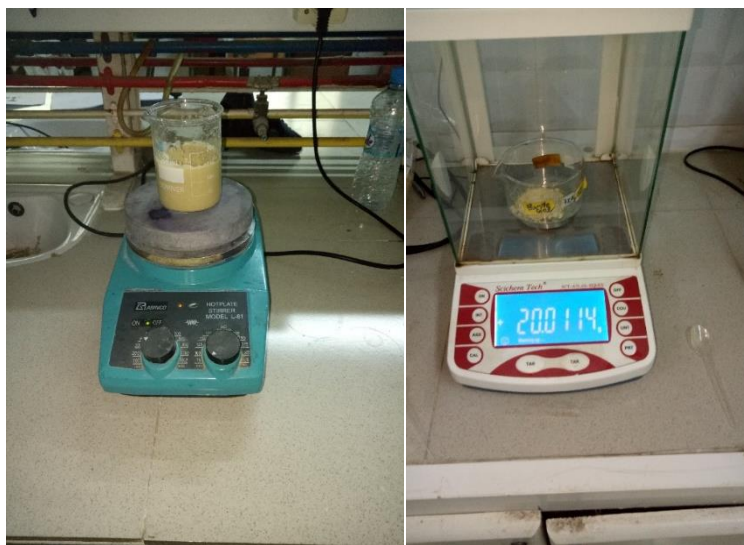


Figure 22: Mesure du pH.

Remarque : Avant toute mesure de pH, le pH mètre doit être calibré afin d'éviter toute erreur.

Les solutions tampons dont le pH4 et pH10 ont été utilisées pour l'étalonnage du pH mètre « Jenway 3510 pH meter ».

2.1.2 Détermination de la teneur en eau [norme : NF EN 1097-5 :2008]

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

$$W\% = [(M_1 - M_2) / M_2] \times 100.$$



Figure 23: Détermination de la teneur en eau.

Trois essais ont été réalisés dans le but d'avoir une précision.

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

Le protocole consiste à prélever une quantité d'échantillon concassé (20g) qui sera séchée pendant 16h dans un four à 105 °C. Le creuset vide est d'abord pesé, on notera sa masse par (M_0), après cela on prélève 10 grammes d'échantillon séché considéré comme (M_1). Ce même échantillon subit une calcination à 375°C pendant 16h et sera enfin pesé(M_2).

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

$$\%PAF = [(M_1 - M_0) - (M_2 - M_0) / (M_1 - M_0)] \times 100.$$

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

La porosité est l'ensemble des vides (pores) d'un matériau solide, ces vides sont remplis par des fluides (liquide ou gaz). C'est une grandeur physique comprise entre 0 et 1 (ou, en pourcentage, entre 0 et 100%).

Pour réaliser l'essai, un volume connu d'échantillon est introduit dans une éprouvette, puis saturé, avec de l'eau distillée. Par conséquent, les pores présents dans l'échantillon absorbent l'eau. Ainsi, le volume des pores (V_p) sera celui de l'eau introduite.

La porosité se calculera comme suit :

$$P\% = V_p / \text{Volume Total}.$$

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

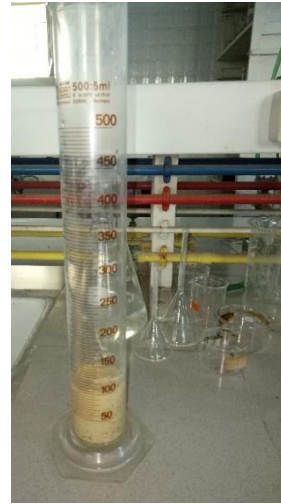


Figure 24: Mesure de la porosité totale.

2.1.5 La densité apparente ($\rho_{\text{apparente}}$) [norme :NF P 18-554 :1990]

La densité apparente est le rapport entre la masse sèche du matériau et le volume apparent de celui-ci contenant les pores intra-granulaires.

Le protocole consiste à peser un bécher à vide et noter sa masse (M_1) et son volume (V), puis à verser environ 200g d'échantillon dans le bécher à une distance de 10 cm à l'aide d'un dispositif (entonnoir porté par un trépied équipé d'une passoire et clapet), jusqu'à débordement sous forme de cône, qui sera ensuite arasé à l'aide d'une règle (sans tassement). Par la suite le poids de l'ensemble « bécher -matériau) est mesuré (M_2). On aura : $\rho_{\text{apparente}} = (M_2 - M_1) / V$.

[Ici le volume du bécher est de 1 dm^3].

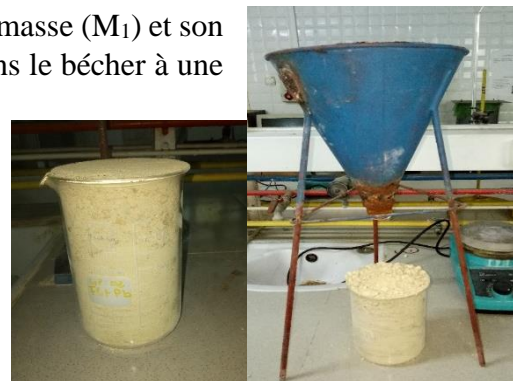


Figure 25: Mesure du poids volumique apparent.

7.1.6 La densité absolue (ρ réelle) [norme : NF P 94-054 :1991]

Il s'agit du rapport entre la masse sèche du matériau et le volume réel omettant les pores contenus dans ce corps (pores intra-granulaires).

Le volumètre « le Chatelier » est utilisé afin de mesurer la densité absolue des échantillons. L'échantillon doit être broyé puis tamisé ($\varnothing_{\max} < 40 \mu\text{m}$).

En premier lieu, on remplit le volumètre jusqu'au trait de zéro par la solution de xénol. On pèse le tout et on note la masse (M_1).

Le volumètre, est ensuite placé dans un bain thermostatique pour maintenir la température à 20°C ($\pm 2^\circ\text{C}$). Pendant ce temps, on verse graduellement une quantité du minerai broyé pour faire déplacer le volume de xénol. Le volume atteint est noté (V) et l'ensemble est pesé (M_2).

Alors : la masse de la poudre (M)= $M_2 - M_1$, et le volume sera le volume lu sur la graduation car ($V_0=0$).

Ainsi : $\rho_{\text{absolue}} = M/V$.



Figure 26: Détermination du poids volumique absolu (a : broyage de l'échantillon, b : Tamisage à $40 \mu\text{m}$, c : Matériels et solution de xénol utilisés et d : détermination du volume déplacé).

2.1.7 Essai au bleu de méthylène [norme : NF P 94-068 :1998]

Il s'agit d'un test qui permet d'évaluer la surface spécifique d'échange d'un matériau argileux ainsi que sa capacité d'échange cationique. La valeur du test (VBS) exprime globalement la quantité et la qualité de la fraction argileuse contenue dans ce sol.

L'essai consiste à mesurer par dosage la quantité de bleu de méthylène pouvant être adsorbée par les particules argileuses présentes dans 100g de matériau dont le diamètre est inférieur à 5mm. La pulpe (120g d'échantillon +500ml eau distillée) subit une agitation à 600rpm les premières 5 minutes, qu'on ajustera par la suite à 400rpm le long de l'essai.

L'adsorption du bleu de méthylène est alors contrôlée en effectuant un test des tâches sur papier filtre, le suivi des tâches sera évalué d'après le tableau suivant



Figure 27:Détermination de la valeur de bleu de méthylène VBS.

Tableau 6:Etapes de dosage du bleu de méthylène.

Étapes	Opérations effectuées :
1	-5 ml de bleu de méthylène sont injectés, ensuite l'essai de la tâche est réalisé.
2	Test immédiat de la tâche : *Si le test est négatif, suivre l'étape 3. *Si le test est positif, le matériau ne comporte aucune trace argileuse.
3	-Ajout de 5ml de bleu de méthylène.
4	Test immédiat de la tâche : *Si le test est négatif, revenir à l'étape 3. *Si le test est positif, suivre l'étape 5.
5	Effectuation de la confirmation du test 5 fois, toutes les minutes pendant 5 minutes. *Si le test est négatif, suivre l'étape 6. *Si le test est positif, fin du dosage.
6	-Ajout de 2ml de bleu de méthylène. *Si le test est négatif, revenir à l'étape 3 avec un dosage de 2ml.

Le test est dit positif si dans la zone humide autour du dépôt apparaît une auréole bleu-clair persistante, les particules argileuses du matériau sont alors retenues ou dit saturées.

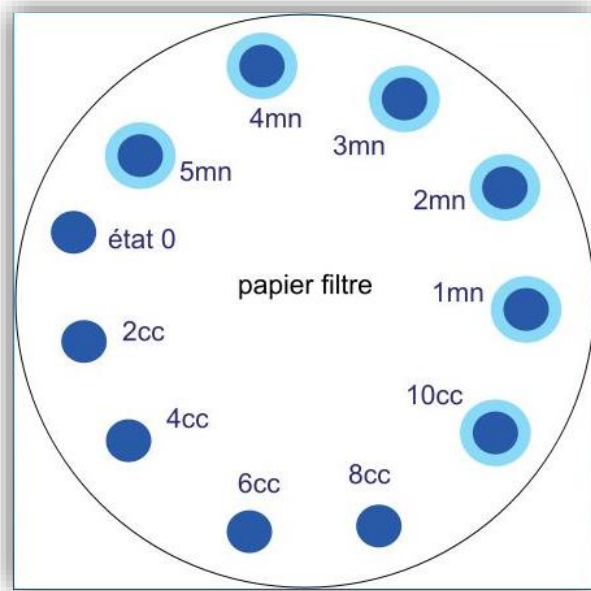


Figure 28:Essai au bleu de méthylène-Vue du papier filtre et des tâches auréolées.

On a : **VBS= B/mo ×100.**

Avec : **mo** (masse sèche de la prise d'essai) =100g.

B (masse de bleu de méthylène introduite « solution titrée à 10g/l ») = **VB ajouté ×0.01.**

De ce fait : **VBS=VB ajoutée × 0.01.**

Selon (Laribi et al ,2007), on peut calculer à partir de la valeur VBS deux paramètres, à noter la capacité d'échange cationique et la surface spécifique totale.

2.1.8 Capacité d'échange cationique (CEC)

Il s'agit de la **quantité de charges positives portées par les cations susceptibles d'être fixés**, de façon **réversible**, sur les sites chargés négativement de certains constituants du sol. On distingue les sites à charges permanentes dont le nombre varie peu avec les conditions de milieu et les sites à charges variables (matière organique) dont la quantité est fortement liée au pH.

Partons de la connaissance de la masse molaire du bleu de méthylène, on peut déterminer la capacité d'échange cationique des échantillons.

On a: **CEC (meq/100 g) = VB (g/100 g)/374.**

2.1.9 Surface spécifique Totale (S Spécifique)

Elle représente la surface totale par unité de masse du produit accessible aux atomes et aux molécules. Elle est exprimée en m²/g.

Sa formule est comme suit :

$$S_{\text{Spécifique}} (\text{m}^2/\text{g}) = \text{VBS} \times [(6,023 \times 10^{23} \times 130 \times 10^{20}) / 374 \times 100].$$

Alors : **S Spécifique (m²/g) = VBS(g/100g) × 20.9.**

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

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



Figure 30: Analyse granulométrique.

L'analyse granulométrique est efficace avec un rapport des largeurs d'ouverture des tamis adjacents égale à la racine carrée de 2 ($\sqrt{2}=1,44$). Aussi, le pourcentage de refus au niveau du premier tamis ne doit pas dépasser 5%.

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

Le poids de l'échantillon introduit initialement doit être récupéré en fin de l'analyse avec une perte qui ne doit pas excéder les 2%.

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

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

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

- **Coefficient d'uniformité :**

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

$$Cu = d_{60} / d_{10}.$$

- **Coefficient de courbure :**

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

$$Cc = d_{30}^2 / d_{10} \times d_{60}.$$

3 Caractérisation minéralogique

3.1 Diffractométrie de rayons X (DRX)

C'est une méthode d'analyse à la fois quantitative et qualitative pour un échantillon polycristallin. Cette technique est basée sur les interactions de la structure cristalline d'un échantillon avec des radiations de courte longueur d'onde du même ordre de grandeur que la distance inter-atomique. Les faisceaux de rayons X sont envoyés vers l'échantillon et subissent une déviation par les atomes qui vont être interférés entre eux produisant par la suite un signal intense qui se propagera dans certaines zones de l'espace, puis sera collecté par le détecteur.

La relation empirique qui relie les angles auxquels sont observés les pics et les distances entre plans atomiques est la loi de Bragg, qui sert à détecter les différentes phases cristallines ainsi que la nature de cristallites présentes dans l'échantillon.

2.d.sin θ = n λ (la loi de Bragg)

Avec 2θ : l'angle entre la direction des rayons incidents et celle des rayons diffractés.

Ces informations vont être traduites sous forme de courbe appelée « diffractogramme » présentant des pics à des angles bien précis de diffraction.

La position de ces pics désigne l'empreinte d'arrangement des atomes à l'intérieur d'un cristal (distance entre atomes, entre plans intra cristallins). La lecture du diffractogramme est basée sur :

- La position des pics : c'est une analyse qualitative permettant d'identifier les phases cristallines présentes.
- La largeur des pics : représente un paramètre de connaissance de taille et de forme des cristallites et contraintes internes qui s'exercent sur l'échantillon.
- L'intensité des pics : conduit à une analyse quantitative qui permet d'estimer la composition chimique de l'échantillon analysé.

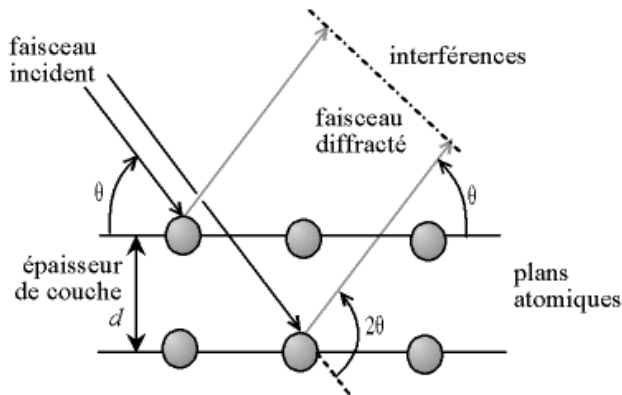


Figure 31: Principe de la diffraction des rayons X
(Eberhart,1997).



Figure 32: Instrument utilisé « Bruker D8 ».

4 Caractérisation chimique

4.1 Spectrométrie de Fluorescence X (XRF)

Connu sous l'abréviation SFX ou bien XRF en anglais « X ray Fluorescence », il s'agit d'une technique d'analyse analytique non destructive chimique permettant d'obtenir des analyses quantitatives élémentaires. L'échantillon concerné est bombardé par des photons émis d'un tube à rayon X. Les électrons plus proches du noyau (e^- de couches internes), absorbent le rayonnement primaire et s'éjectent ensuite à leurs tours. Par conséquent, l'électron « manquant » ionise les molécules, qui deviennent à leurs tours, instables et essaient de se réorganiser pour tendre vers un état d'équilibre.

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

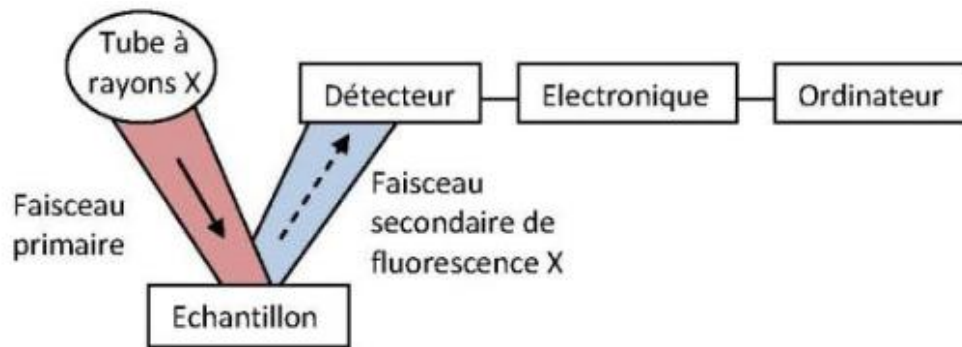


Figure 29:Principe de fonctionnement du DRX (Thirion-Merle,2014).



Figure 34:Appareil utilisé « Analyseur portable NITON XL2 ».

4.2 Spectroscopie d’Absorption Atomique « SAA »

Il s’agit d’une technique d’analyse chimique permettant de quantifier les éléments métalliques en solutions grâce à une énergie fournie à l’atome provenant d’une source lumineuse appelée lampe à cathode creuse. L’atome dans son état de base, absorbe l’énergie lumineuse à une longueur d’onde spécifique et passe à un état d’excitation. Un détecteur mesure la quantité de lumière absorbée et un signal électronique est produit en fonction de l’intensité lumineuse. La quantité d’analyte dans l’échantillon est exprimée en fonction de l’absorbance mesurée. Le contact entre les atomes et la source lumineuse est assuré par la cellule d’absorption qui est, en fait, une flamme générée par la combustion d’acétylène en présence d’oxygène. L’échantillon à analyser est aspiré par l’appareil et transformé en aérosol. La flamme atomise ensuite les éléments contenus dans l’aérosol et les place en travers le faisceau de la lampe à cathode creuse, cette dernière émet le spectre lumineux spécifique à l’élément analysé. La cathode et l’anode de la lampe, se composent uniquement de l’élément à analyser. Le potentiel électrique appliqué entre elles ionise le gaz

contenu dans la lampe. Les atomes vont s'exciter en entrant en collision avec les ions de gaz et reviennent rapidement à leur état primaire en libérant de l'énergie lumineuse.

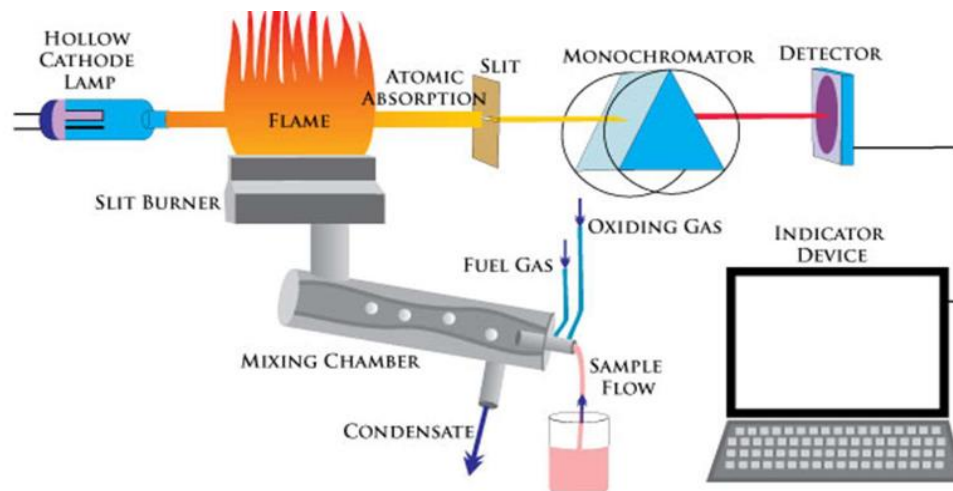


Figure 35: Principe de fonctionnement de SAA de flamme (Adouani,2020).



Figure 36: Instrument utilisé (Agilent Technologies 240 FS AA).

5 Description des essais

Le recours au retraitement par flottation et séparation gravimétrique permet d'un côté la valorisation et de l'autre côté la dépollution des résidus des ETM

5.1 Essais de flottation

La flottation est une méthode de séparation physico-chimique des solides entre eux, en tenant compte des différences existantes entre leurs propriétés superficielles (hydrophobie, hydrophilie) dans une solution aqueuse et en présence d'air (Blazy et al, 2000).

Première classe (agissent sur la surface des minéraux) :

-Les collecteurs : il s'agit de substances organiques formant sur la surface des minéraux une pellicule hydrophobe permettant une meilleure adhérence aux bulles d'air.

-Les déprimants : leur action consiste à

diminuer la flottabilité de produit de cellule et empêcher la fixation des collecteurs aux surfaces minérales.

-Les activateurs : Contribuent à la fixation des collecteurs sur la surface des minéraux.

-Les régulateurs de milieu : Règlent la composition des ions dans la pulpe.

Deuxième Classe (agissent sur la surface de séparation liquide/gaz)

-Les moussants : Contribuent à la formation d'une mousse stable et solide.

La préparation mécanique du minerai avant sa flottation revêt une importance considérable sur le rendement de l'opération. Les échantillons ont été broyés et tamisés à 100 μ m.

Une quantité de 375g d'échantillon est mise en suspension dans de l'eau pour former une pulpe de rapport (1/3) qui sera introduite dans la cellule de flottation « Denver ».

Le procédé commence par un conditionnement de la pulpe durant 10 minutes, puis l'ajout des réactifs chimiques. Pour une flottation non-sélective (notre cas), l'ordre d'ajout de réactifs est le suivant (régulateur de pH, Activateur, Collecteur, Moussant).



Figure 37:conditionnement de la pulpe.



Figure 38:Réactifs de flottation utilisés.



Figure 39:Vitesse de la cellule Denver(1350 rpm).



Figure 40: Broyage de l'échantillon.



Figure 41: Tamisage (100µm).

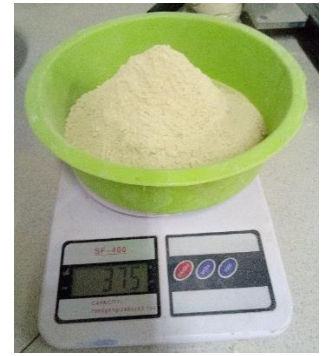


Figure 42: Echantillon broyé.



Figure 43: Ajustement du pH à 10.



Figure 44: Ajout des réactifs de flottation.



Figure 45: Produit de mousse.

Tableau7: paramètres et conditions des essais de flottation non-sélective sur les rejets bruts de flottation du minerai de Sidi Kamber.

Flottation non-	Réactifs	Rôle	Temps de contact avec la pulpe	Concentration (g/t)	Solution
Sélective des	Carbonates de sodium (Na_2CO_3)	Régulateur de PH			20%
Rejets de première Flottation Sidi Kamber	Sulfates de cuivre (CuSO_4)	Activant	5 minutes	400 g/t	10 %
	Xanthate ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCS}_2\text{Na}$)	Collecteur	5 minutes	100g/t	10 %
				200 g/t	
				300 g/t	
				400 g/t	
500g/t					
Huile de Pin	Moussant	1 minute	Une goutte		

Remarque :

Une flottation de contrôle est effectuée afin d'obtenir la meilleure récupération possible à teneur élevée du minéral recherché. On procède par la suite à une filtration des concentrés et des rejets obtenus, le gâteau est récupéré puis séché afin de réaliser une caractérisation chimique.



Figure 46: Filtration.

5.2 Essai de séparation gravimétrique

La table à secousse est l'un des principaux appareillages utilisé pour la séparation gravimétrique. Cette méthode est basée sur la longueur du parcours effectué d'une particule sur un plan incliné à la surface duquel s'écoule, par gravité, un film liquide. Elle est équipée d'une alimentation et un système de récupération des particules classifiées (compartiments séparés).

Cette table est garnie d'obstructions (riffles) parallèles à sa longueur, alimentée par une pulpe à un de ses coins. Elle fournit un concentré à l'extrémité étroite, opposée à celle de l'alimentation, au bout des riffles, et un rejet à l'extrémité large, également opposée à celle de l'alimentation. Généralement, on alimente de l'eau de lavage perpendiculairement aux riffles.

On distingue :

La zone 1 : des concentrés où se trouvent les particules fines et denses.

La zone 2 : des concentrés où on y trouve des particules denses et grossières avec quelques particules mixtes.

Zone3 : des particules mixtes mélangées à quelques particules légères.

Zone4 : zone des particule légères.

Dans le but de traiter les échantillons et d'avoir plus de concentré, quatre séries d'essais sont effectuées en utilisant la table à secousse de type KHD Humboldt Wedag. Il s'agit d'une Labor-Schnellstoßherd MN 936/3.



Figure 47: Table à secousse.

Pour la préparation de la pulpe, on a mélangé un litre d'eau avec (300grammes) de rejets bruts de séparation gravimétrique ayant subis un tamisage à 3.15mm. Les particules piégées dans chaque zone sont mises dans des béchers et séchées afin de les analyser.



Figure 48:Tamisage(3.15mm). Figure 49:Pulpe.

5.3 Essais statiques

5.3.1 Le potentiel de neutralisation « PN »

Le potentiel de neutralisation d'un échantillon solide exprimé en « Kg CaCO₃ /t » donne une réelle représentation de sa capacité à neutraliser les acides générés lors de l'oxydation des sulfures. Cette capacité est tirée en grande partie de la présence des carbonates dans l'échantillon (Calcite CaCO₃ et Dolomite CaMg (CO₃)₂).

Un échantillon possédant un haut potentiel de neutralisation permet la neutralisation du drainage acide minier et minimise les dommages environnementaux.

Pour la détermination du potentiel de neutralisation on doit suivre plusieurs étapes :

Tout d'abord, on prépare les solutions chimiques à utiliser (une solution de 25% de HCl, une solution de 1 N de HCl et une solution de 0.1 N de NaOH).la quantité de la solution HCl à 1N à ajouter est déterminée à partir des résultats d'un Test d'effervescence « Test de FIZZ ».

Le test est basé sur une estimation visuelle d'après ajout de quelques gouttes de solution HCl (25 %) à 2g d'échantillon solide.

L'effervescence est plus importante pour un échantillon contenant des carbonates d'où la nécessité d'ajout de grande quantité d'acide par la suite.



Figure 50:Test de Fizz.

Tableau 8:volume de la solution HCl 1N à ajouter selon la réactivité au test de FIZZ.

Réactivité de FIZZ	Volume ajouté d'HCl à 1N en (ml)	
	Temps =0h	Temps=2h
Aucune	1 ml	1ml
Légère	2ml	1ml
Moyenne	2ml	2ml
Forte	3ml	2ml

Une fois le volume de HCl 1N à ajouter est connu, le protocole de détermination du PN est entamé. Dans des fioles de 250ml ,2g d'échantillon solide sont introduits en ajoutant de l'eau distillée

jusqu'à obtenir 90ml. La pulpe est ensuite mise sous agitation. À t=0h et à t=2h l'ajout de volume d'HCl 1N est effectué.

Après t=22h, on mesure le pH de la solution et selon le résultat obtenu on aura trois cas :

pH > 2,5

Dans ce cas, on ajoute le HCl à 1N pour ajuster le pH dans l'intervalle [2-2,5], le volume ajouté est noté et l'agitation est poursuivie.

pH < 2

Le test est à refaire.
-Le volume de HCl (1N) ajouté à t=0 était grand.

2 < pH < 2,5

Le test est validé.
L'agitation est poursuivie.

A t= 24h, on ajoutera de l'eau distillée jusqu'au volume de 125ml.

Un titrage de la solution avec NaOH à 0.1N est effectué, jusqu'à l'obtention d'un pH=8,3. Le volume introduit sera noté.

Le potentiel de Neutralisation est calculé selon la relation suivante :

$$PN = \frac{[(N_{HCl} \times V_{HCl}) - (N_{NaOH} \times V_{NaOH})] \times 50}{m}$$

Avec : PN : Potentiel de Neutralisation en Kg CaCO₃ /t.

N_{HCl}, N_{NaOH} : Normalité d'HCl et NaOH (mol/l).

V_{HCl}, V_{NaOH} : Volume Total d'HCl et NaOH ajouté(ml)

m : Masse de l'échantillon solide introduite au départ.

50 est un facteur stœchiométrique et de conversion

d'unités (M CaCO₃ /t car 2 moles de calcite par 1 mole de pyrite).

A noter : Pour chaque type d'échantillon (rejets bruts de flottation et de séparation gravimétrique) deux tests ont été réalisés



Figure 51: Ajout de la solution d'HCl à 1N.

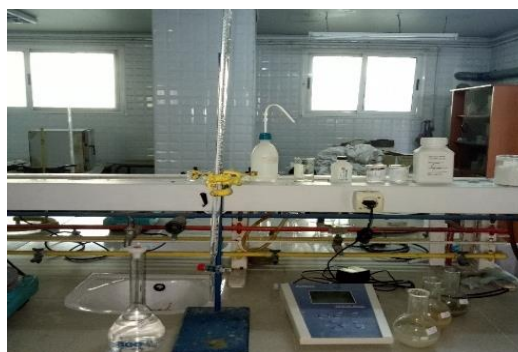


Figure 52: Titrage de la solution par NaOH à 0.1N.



Figure 53: pH final de la solution.

5.3.2 Le Potentiel acidogène « PA »

On peut classer un échantillon selon sa capacité de génération d'acidité ou de neutralité. Dans le cas où la valeur du potentiel acidogène (PA) d'un matériau est supérieure à celle de son potentiel neutralisant (PN) ; le matériau est qualifié de générateur d'acidité.

Selon les travaux de Sobek et al (1978), le soufre se trouve essentiellement sous forme de sulfures dans certains types de minerais. Par conséquent le fait de ne pas soustraire le soufre sous forme de sulfates n'aura aucune influence sur les résultats. De ce fait, ce dernier est équivalent au soufre total.

Le potentiel acidogène est exprimé en Kg CaCO₃/tonne et se calcule comme suit :

$$PA = S_{\text{sulfures}} \times 31.25. \quad \text{Avec } S : \text{pourcentage de soufre sous forme de sulfures (\%)}.$$

31.25 est le facteur de conversion stœchiométrique.

5.3.3 Le Potentiel net de neutralisation « PNN »

Il s'agit d'un critère d'évaluation du potentiel acidogène, défini par la différence entre le potentiel de neutralisation et le potentiel de génération d'acidité (PNN=PN-PA). S'il est en dessous de -20Kg CaCO₃ /t, le matériau est alors considéré potentiellement générateur d'acidité (Ethier,2011).

Le PNN est aussi défini par le rapport (PN/PA), les résultats vont être considérés selon l'intervalle [1,3]. Si le résultat est inférieur à ce domaine, le matériau est générateur d'acidité, s'il est supérieur, le matériau aura un risque très faible de générer de l'acidité. Pour des valeurs appartenant à l'intervalle, le potentiel acidogène ne peut être statué avec certitude (Villeneuve,2004).

5.4 Essais cinétiques

La réalisation des essais cinétiques nous permet de prédire à long terme la qualité des eaux de drainage issues des rejets miniers et de connaître la nature de ces derniers (générateurs d'acidité ou neutralisants).

5.4.1 Préparation du milieu 9K

Afin de réaliser les essais cinétiques, il est recommandé de préparer un milieu de culture pour les bactéries qui vont être utilisées dans le processus de biolixiviation. Pour la réalisation des expérimentations, nous allons préparer deux types du milieu 9K, avec et sans sulfates de fer.

Tableau 9: Composition du milieu 9K avec sulfates de fer (Silverman et al, 1959).

	(NH ₄) ₂ SO ₄	KH ₂ PO ₄	MgSO ₄ +7H ₂ O	KCl	Ca(NO ₃) ₂	FeSO ₄ +7 H ₂ O	PH
g/l	3	0.5	0.5	0.1	0.01	44.2	1.8

On prépare 500 ml et on effectue un Autoclavage pendant 15 min à 121°C.

Quant à la solution de sulfates ferriques (500ml), elle est filtrée (membrane de $0.45\mu\text{m}$), mais n'est pas autoclavée. Les deux solutions, sont ensuite mélangées et le pH sera ajusté à 1.8 à l'aide de solution d'acide sulfurique.

Pour le milieu 9K sans sulfates de fer, l'étape de préparation de la solution de sulfates ferrique est négligée. Le pH est ajusté à 4 par l'acide sulfurique.



Figure 54: Autoclave

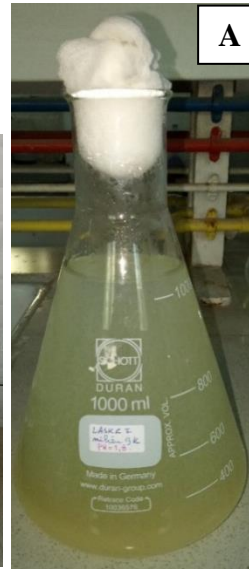


Figure 55: Milieu 9K (A) avec sulfates de fer (B) sans sulfates de fer.

5.4.2 Isolement de bactéries acidophiles (*acidithiobacillus ferroxidans*) à partir du minerai de Sidi Kamber

Afin d'isoler les bactéries acidophiles (*acidithiobacillus ferroxidans*), on procède à la préparation de souche bactérienne dans des erlenmeyers.

Trois solutions ont été préparées, elles sont composées de 100ml du milieu 9K avec sulfates de fer + 16 grammes d'échantillon composite (mélange de rejets bruts de flottation et de séparation gravimétrique).

Les échantillons sont ensuite soumis à une agitation (160rpm) à $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 jours. Une mesure quotidienne de pH, potentiel d'Oxydoréduction et de la densité optique (DO) est effectuée.



Figure 56: Solutions préparées.



Figure 57: Echantillons incubés et agités.

5.4.3 Préparation du milieu N3K Modifié

Le milieu N3K modifié est un milieu solide réalisé grâce à une modification dans les composants du milieu N3K. Il sert de milieu de culture pour la bactérie acidophile de type acidithiobacillus ferroxidans.

Tableau 10:Composition du milieu N3K modifié (200ml).

Gélose	Milieu minéral (20ml)			Sulfates ferrique
160ml	(NH ₄) ₂ SO ₄	K ₂ HPO ₄	MgSO ₄ .7H ₂ O	20ml
4.48g	0.06g	0.0004g	0.008g	0.4g

↓

Autoclavage (45 °C)

Autoclavage à 121°C 15 min

↓

Sans autoclavage, filtration et ajustement de PH à 1,8 avec l'acide sulfurique (0.01M)

Remarque importante : on veille à travailler dans la zone stérile (champs stérile) autour du bec bunsen, pour éviter toute contamination de l'air ou d'autres facteurs contaminants qui peuvent fausser les résultats.

Deux milieux N3K modifiés ont été préparés, l'un avec un pH=4,5 et l'autre avec pH=3. Le milieu est par la suite solidifié dans des boîtes de pétri.

Avec une pipette stérile, on dépose 0.1 mL de suspension de cellules par boîte de pétri. Avec l'épingle, la suspension est répartie sur toute la surface du milieu N3K modifié. A la fin du processus, les boîtes de pétri sont incubés à 30 °C.

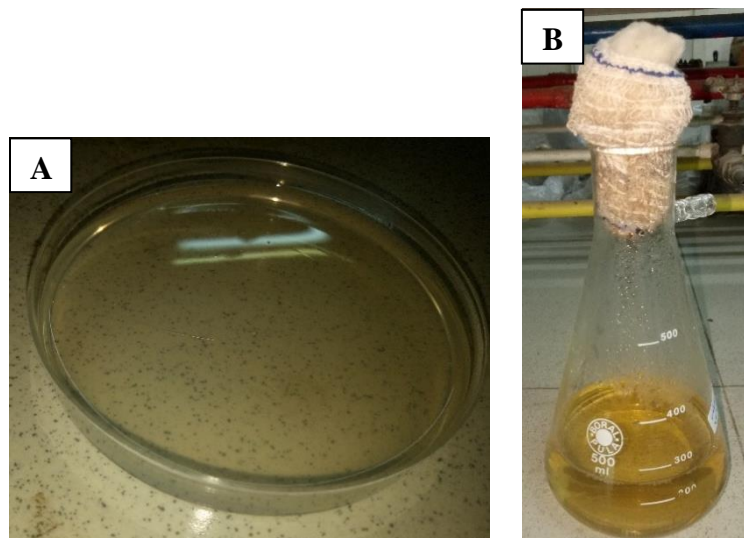


Figure 58:Milieu N3K modifié [(A): Solidifié; (B):autoclavé].



Figure 59: Introduction de 0.1ml de la suspension de cellules.



Figure 60: Etalement de la suspension de cellules

5.4.4 Coloration gram

Le principe de la coloration Gram repose sur une différence fondamentale entre la composition chimique des parois des bactéries à gram positif et à gram négatif. En effet, la paroi s'interpose comme une barrière pour empêcher l'accès du cytoplasme (sur lequel se fixerait d'avantage le colorant) aux agents décolorants et à l'éluion du complexe coloré.

L'incapacité des cellules à gram négatif à interdire cet accès résulte de la teneur élevée de leurs parois en lipides qui sont facilement dissous dans l'alcool ; celui-ci est facilement introduit dans la membrane cellulaire, il veille à dissoudre le complexe coloré. L'alcool élimine et laisse la cellule incolore expliquant la couleur rosée obtenu de ce type de bactéries à gram négatif contrairement à celles de gram positif colorées en violé.

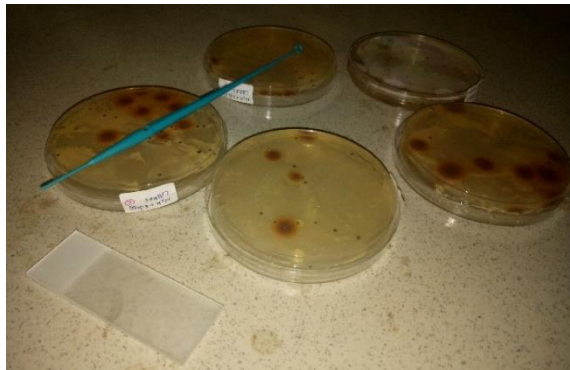


Figure 61: Prélèvement des colonies de bactérie.



Figure 62: Réactifs de coloration Gram.

Dans le but d'identifier les bactéries acidophiles cultivées en milieu N3K modifié, on réalise une coloration Gram suivie d'une observation au microscope optique.

Tableau 11: Etapes de réalisation de la coloration Gram.

Etapes	Opérations effectuées
1	*Réalisation d'un frotti sur lame mince. -Sur une lame mince, une goutte d'eau physiologique est déposée ; ensuite une colonie est prélevée puis étalée à l'aide d'une anse. -Un séchage à la chaleur (bec bunsen) est effectué pour la fixation de l'échantillon.
2	*Coloration au violet de gentiane. Sur le frottis fixé, quelques gouttes de violet de gentiane sont versées et laissées pendant 1 minute puis rincées avec de l'eau distillée.
3	*Coloration au lugol (Agent fixateur) -suivre l'étape 2 en utilisant lugol (composé iodé)
4	*Décoloration à l'alcool -l'alcool est laissé réagir pendant 30 secondes sur le frottis, puis rincé à l'eau distillée.
5	*Contre-coloration -Suivre l'étape 2 en utilisant la fuchsine.
6	*Séchage de la lame. -la lame mince est séchée à l'aide du bec bunsen, elle est ainsi préparée à l'observation au microscope optique.

6 Détermination biologique du potentiel acidogène

L'emploi de procédés biologiques pour déterminer le pouvoir acidogène, a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche. On peut citer à titre d'exemple les études suivantes :

- Les travaux de recherche de Brassard, 1993, qui ont porté essentiellement sur l'introduction des techniques biologiques afin de rendre environnementalement stable les résidus miniers.
- Les recherches scientifiques de (Bureau de Recherches Géologique Minières « BRGM »), 2000 où des méthodes biotiques pour résoudre les problèmes environnementaux dans les sites miniers ont été utilisés.
- Roudier, 2005 a étudié les techniques de réhabilitation des sites et sols pollués.
- La biofiltration pour la modernisation de la dépollution des eaux de Seine Aval a été réalisée (SIAAP, 2012). C'est une chaîne de poursuite biologique vers une résolution optimale des problèmes environnementaux et miniers.

Dans un contexte de stabilité des différents déchets produits, cette recherche s'est penchée sur l'élaboration d'une procédure cinétique d'évaluation du potentiel acidogène de cinq types de rejets miniers que sont le résidu brut de flottation, le rejet brut de séparation gravimétrique, concentré et rejets de flottation issus des essais de traitement et le concentré de séparation gravimétrique ayant subi un traitement par table à secousses.

Deux types d'essais ont été effectués (avec et sans agitation). Afin d'étudier l'efficacité et le rôle des milieux de culture, les milieux 9K avec et sans sulfates de fer sont utilisés.

Un mélange contenant les suspensions de cellules préparées précédemment est centrifugé pendant 30 minutes à 3500 rpm. Le culot est ensuite, recueilli et introduit dans un erlenmeyer avec 100ml du milieu 9K ; l'ensemble est incubé pendant 30 minutes à 30 ° C, puis filtré avec un filtre seringue de 0.45 µm.

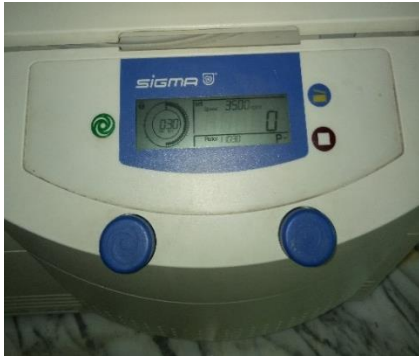


Figure 63:Centrifugeuse.



Figure 64:Produit de centrifugation.



Figure 65:Filtration des solutions.



Figure 66:Essais cinétiques avec agitation.



Figure 67:Essais cinétiques sans agitation..

Ci-dessous un schéma explicatif de lancement des essais :

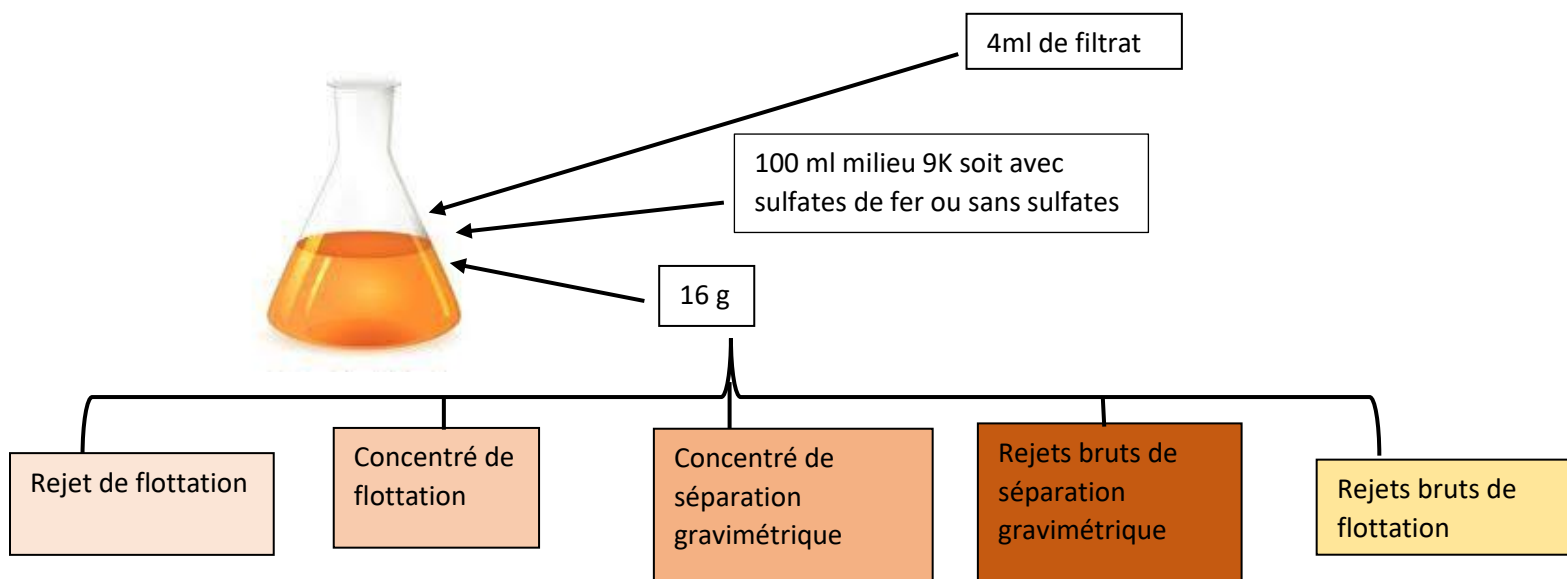


Figure 68:Description des essais.

7 Analyse des lixiviats

Un suivi continu des lixiviats est effectué pendant 4 semaines. Les paramètres mesurés sont : le pH, le Eh, la densité optique (DO), la teneur en fer ferreux et l'oxygène dissous.

7.1 Mesure du pH et potentiel d'oxydoréduction (Eh)

La mesure est effectuée par le biais du pH mètre multifonction « Jenway 3510 pH meter », les solutions tampon dont le pH=4 et pH=10 ainsi qu'une solution tampon de potentiel Redox égale à 470mV, ont été utilisées pour l'étalonnage.

Concernant le Eh, une correction de 220mV est apportée aux valeurs mesurées.

7.2 Densité optique (DO)

Le spectrophotomètre « UV/visible Jenway 7605 » est utilisé pour la mesure de la DO, en employant la longueur d'onde 600nm. Une dilution 10^{-1} du lixiviat est préparée en introduisant 1ml d'échantillon dans 9ml d'eau distillée. Le zéro absolu est établi en utilisant l'eau distillée ; par la suite, la densité optique du milieu 9K stérile est mesurée. Une fois l'échantillon introduit, la valeur de sa densité optique sera obtenue par soustraction de celle du 9K stérile de la valeur affichée sur le spectrophotomètre.



Figure 69:Spectrophotomètre UV/Vis.

7.3 Mesure de la concentration en fer ferreux

Dans un premier temps, un test caractéristique avec l'hydroxyde de sodium est effectué. La formation immédiate d'un précipité vert est une preuve de présence des ions Fe^{2+} .

Ensuite, un protocole de titrage de 10ml du lixiviat par une solution de permanganates de potassium à $2 \times 10^{-2}\text{M}$ est réalisé.

À l'aide de cette formule on déduit la teneur de fer ferreux :

$$[\text{Fe}^{2+}] = (5 \times C_1 \times V_{\text{eq}}) / V_2$$

Avec : $C_1 = 2 \times 10^{-2}\text{M}$. et $V_2 = 10\text{ml}$.

V_{eq} : le volume équivalent dès l'apparition de la couleur rouge-violette.



Figure 70: précipité de Fe^{2+} .

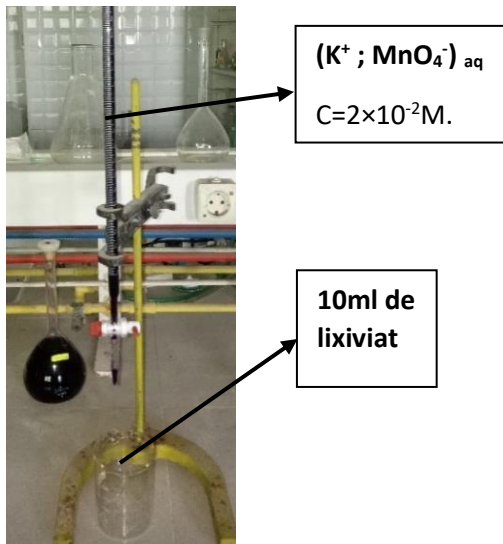


Figure 71: Montage de détermination de la teneur du Fe^{2+} .



Figure 72: Virage de couleur de la solution.

7.4 Oxygène Dissous (O_2 dissous)

L'oxygène dissous est mesuré par l'oxymètre « OHAUS STARTER 400D ». C'est un paramètre essentiel à la productivité, la croissance des bactéries aérobies et l'oxydation des matières organiques.



Figure 73: Oxymètre OHAUS STARTER.

8 Analyse chimique par spectrométrie d'absorption atomique (SAA)

A chaque mesure des paramètres précédents, des échantillons ont été prélevés pour la caractérisation chimique. La concentration des éléments métalliques (pb, Zn, Cu, Cd et Fe) a été déterminée par spectrométrie d'absorption atomique afin d'étudier le taux de solubilisation de ces métaux pour chaque phase.

Chapitre IV :

Résultats et Discussion

Ce chapitre présente tous les résultats et les interprétations des différentes expérimentations effectuées dans notre travail. Tout d'abord, les propriétés physico-chimiques, chimiques et minéralogiques des échantillons. Par la suite, les résultats de valorisation par flottation et séparation gravimétrique et en fin les résultats des essais biologiques statiques et cinétique de prédiction du drainage minier acide.

1 Caractérisation des échantillons

1.1 Caractérisation physico-chimique

1.1.1 Potentiel d'hydrogène (pH)

Les valeurs du pH des matériaux testés sont représentées dans le tableau 1 ci-dessous.

Tableau 52: Valeurs du pH des rejets bruts du minerai de Sidi Kamber.

Echantillon	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de séparation gravimétrique
pH	3.41	2.77

Les résultats de mesure ont montré un **pH extrêmement acide**, pouvant être expliqué par la présence des sulfures oxydés en grande quantité dans les échantillons, ce qui génère de l'acidité.

La légère différence entre les deux valeurs, découle du fait que les rejets qui ont subi une flottation sont en contact avec les réactifs chimiques de flottation qui augmentent leur alcalinité, comme les carbonates de sodium.

1.1.2 Teneur en eau

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

Tableau 13: Valeurs de la teneur en eau des rejets bruts du minerai de Sidi Kamber.

Echantillon	Rejets bruts de flottation			Rejets bruts de séparation gravimétrique		
	1	2	3	1	2	3
M ₁ (g)	23.70	22.34	21.14	11.51	11.46	11.30
M ₂ (g)	23.54	22.14	20.97	11.39	11.06	10.69
W%	0.67	0.89	0.78	1.05	3.62	5.70
W moy %	0.78			3.46		

Les résultats montrent une très faible teneur en eau des rejets. Le rejet brut de séparation gravimétrique est l'échantillon avec la teneur en eau la plus grande évaluée à une moyenne de 3.46%.

1.1.3 PAF (Perte Au Feu)

Les résultats des essais de la perte au feu sont rassemblés dans le tableau 3.

Tableau14: Valeurs de la PAF des rejets bruts du minerai de Sidi Kamber.

Echantillon	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de séparation gravimétrique
M ₀ (g) creuset vide	20.69	21.50
M ₁ (g)	10.00	10.00
M ₂ (g) avec creuset	30.56	31.41
%PAF	1.22	0.95

Avec : $\%PAF = [(M_1 - M_0) - (M_2 - M_0)] / (M_1 - M_0) \times 100$.

Nous constatons des pertes au feu faibles de respectivement 1.22% et 0.95% pour les rejets bruts de flottation et les rejets bruts de séparation gravimétrique. Ces valeurs correspondent à la perte en matière organique des échantillons testés, nous pouvons donc conclure que ces échantillons sont très pauvres en matière organique.

1.1.4 Porosité (P%)

Le tableau 4 résume les résultats de la porosité d'après la formule :

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

Tableau15: Valeurs de la porosité des échantillons.

Echantillon	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de séparation gravimétrique
V initial de l'échantillon (cm ³)	100	100
V d'eau utilisé pour saturer l'échantillon (cm ³)	30	39
P%	30	39

Les valeurs de la porosité des rejets du minerai de Sidi Kamber sont relativement moyennes (< 40%). Les valeurs obtenues sont respectivement 30% et 39% pour les rejets bruts de flottation et les rejets bruts de séparation gravimétrique.

1.1.5 Densité apparente (ρ apparente)

Les résultats de la densité apparente sont représentés dans le tableau 5.

Tableau 16: résultats de mesure de la densité apparente des rejets bruts de Sidi Kamber.

Echantillon	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de séparation gravimétrique
M_1 (g) Becher vide	252	252
M_2 (g)	1728	1986
ρ apparente (g/cm^3)	1.47	1.73

Le volume apparent est donné par la formule :

$$\rho_{\text{apparente}} = (M_2 - M_1) / V. \text{ Ici le volume du bécher est de } 1000\text{cm}^3.$$

Les résultats obtenus ont montré que la densité apparente des échantillons varie entre (1.47 et 1.73 g/cm^3).

1.1.6 La densité absolue (ρ réelle)

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 6.

Tableau 17: résultats de mesure de la densité absolue des rejets bruts de Sidi Kamber.

Echantillon	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de séparation gravimétrique
M_1 (g)	480	480
M_2 (g)	526	538
V (Cm^3)	10	14
ρ absolue (g/Cm^3)	4.6	5.8

Avec : $\rho_{\text{réelle}} = M/V$. Avec $(M) = M_2 - M_1$

Nous constatons que la densité absolue des échantillons varie entre 4.6 et 5.8 g/Cm^3 . Les résultats sont proches de la densité absolue du minerai de la barytine (4.48 g/cm^3), ce qui explique sa présence dans l'échantillon, accompagné d'autres métaux.

Les valeurs de densités absolues sont plus grandes que celles de densités apparentes, ceci est dû au fait que cette dernière prend en compte les vides inter-granulaires.

1.1.7 Essai au bleu de méthylène

Le suivi des tâches auréolées sur papier filtre au cours du dosage au bleu de méthylène est montré dans la figure 1. L'essai permet de déterminer la fraction argileuse contenue dans nos échantillons et d'estimer par la suite, leur capacité d'échange cationique et leur surface spécifique.

Partons des relations suivantes : $VBS = VB_{ajoutée} \times 0.01$

$CEC \text{ (meq/100 g)} = VB \text{ (g/100 g)}/374.$

$S \text{ Spécifique (m}^2\text{/g)} = VBS \text{ (g/100g)} \times 20.9.$

Les résultats sont résumés dans le tableau 7.

Tableau 18: Résultats des essais au bleu de méthylène.

Echantillon	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de séparation gravimétrique
VB ajouté(ml)	56	42
VBS(g bleu de méthylène/100g de sol)	0.56	0.42
CEC (meq/100 g)	1.5×10^{-3}	1.12×10^{-3}
S Spécifique (m ² /g)	11.70	8.77

Nous constatons que la valeur de VBS des rejets correspond à l'intervalle [0.2-1.5].

Ces résultats nous permettent de dresser le tableau ci-dessous nous renseignant sur la nature des échantillons.

Tableau 19: Nature des échantillons du minerai Sidi Kamber.

Echantillon	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de séparation gravimétrique
Sensibilité à l'eau et nature du matériau	Sensible à l'eau et sablo-limoneux	Sensible à l'eau et sablo-limoneux

Quant à la valeur de la capacité d'échange cationique très faible, de l'ordre de (10^{-3} meq/100 g), elle signifie que le sol est à dominance sableuse avec une présence d'argile très faible voire inexistante.

La valeur de la surface spécifique S_s des deux rejets miniers est en moyenne $10.24 \text{ m}^2/\text{g}$ et elle est plus importante pour les rejets bruts de flottation soit $11.70 \text{ m}^2/\text{g}$.

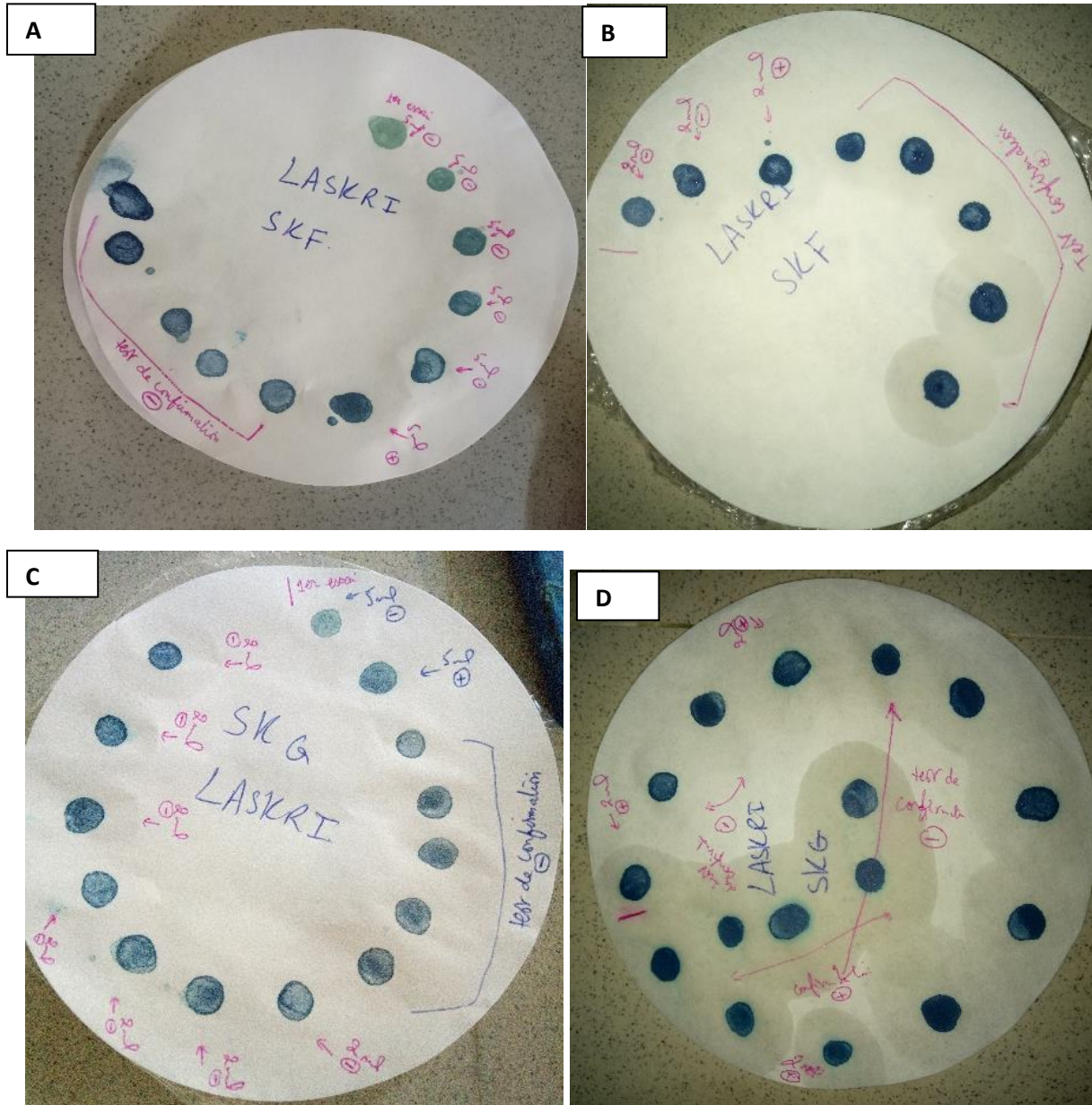


Figure 74: Résultats de l'essai au bleu de méthylène [A/B : rejets bruts de flottation ; C/D : rejets bruts de séparation gravimétrique].

1.1.8 Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique des rejets a donné les valeurs (Tableau 8,9) et courbes granulométriques suivantes (Figure 1).

Tableau20 : Analyse granulométrique des rejets bruts de flottation.

Diamètre φ (mm)	Refus (g)	Refus cumulés (g)	%Refus cumulés	%Tamisâts cumulés
(>10)	1.84	1.84	0.18	99.82
(-10+8)	0	1.84	0.18	99.82
(-8+5)	0.52	2.36	0.24	99.76
(-5+3.15)	1.14	3.49	0.35	99.65
(-3.15+2)	0.83	4.32	0.43	99.57
(-2+1)	3.46	7.78	0.78	99.22
(-1+0.8)	5.42	13.20	1.32	98.68
(-0.8+0.63)	45.18	58.38	5.84	94.16
(-0.63+0.4)	230.00	288.38	28.84	71.16
-0.4+0.315)	124.35	412.73	41.27	58.73
(-0.315+0.25)	202.73	615.46	61.55	38.45
(-0.25+0.16)	219.89	835.35	83.54	16.46
(-0.16+0.1)	108.34	943.69	94.37	5.63
(-0.1+0.08)	28.79	972.48	97.25	2.75
(-0.08+0.063)	16.33	988.81	98.88	1.12
Fond (<0.063)	1.64	Total récupéré =990.45g	Perdus = 9.55g <2%	(résultat acceptable)

Tableau 21: Analyse granulométrique des rejets bruts de séparation gravimétrique.

Diamètre φ (mm)	Refus (g)	Refus cumulés (g)	%Refus cumulés	%Tamisâts cumulés
(>10)	2.66	2.66	0.266	99.73
(-10+8)	15.54	18.20	1.82	98.18
(-8+5)	92.17	110.38	11.04	88.96
(-5+3.15)	120.32	230.69	23.07	76.93
(-3.15+2)	139.06	369.76	36.98	63.02
(-2+1)	189.04	558.80	55.88	44.12
(-1+0.8)	51.53	610.33	61.03	38.97
(-0.8+0.63)	57.00	667.33	66.73	33.27
(-0.63+0.4)	86.17	753.50	75.35	24.65
(-0.4+0.315)	34.84	788.34	78.83	21.17
(-0.315+0.25)	42.13	830.48	83.05	16.95
(-0.25+0.16)	62.04	892.52	89.25	10.75
(-0.16+0.1)	48.59	941.11	94.11	5.89
(-0.1+0.08)	23.33	964.44	96.44	3.56
(-0.08+0.063)	22.83	987.27	98.73	1.27
Fond (<0.063)	4.09	Total récupéré =991.36g	Perdus = 8.64g <2%	(résultat acceptable)

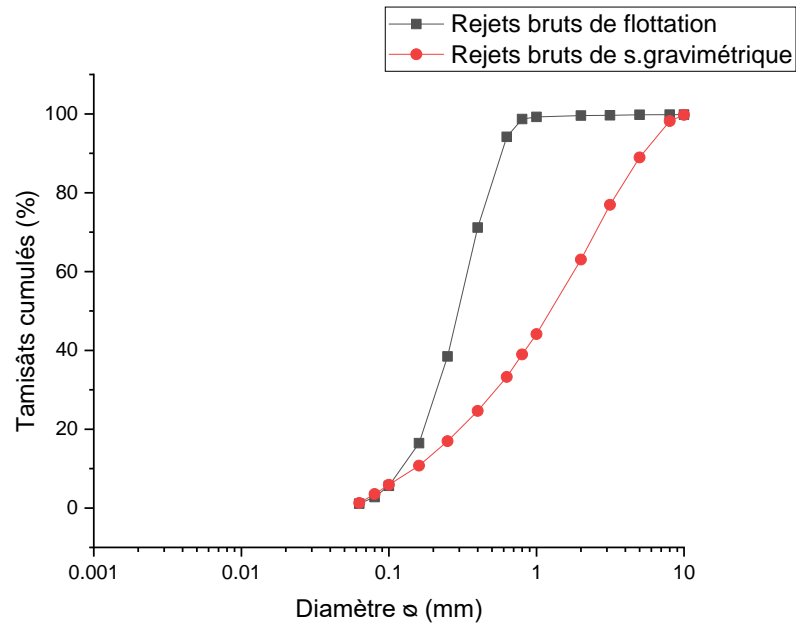


Figure 75:Distribution granulométrique des rejets de Sidi Kamber.

Tableau 22:Coefficient d'uniformité et de courbure des échantillons.

Echantillon	Rejets bruts de flottation	Rejetsbruts de séparation gravimétrique
d ₁₀ (mm)	0.16	0.16
d ₃₀ (mm)	0.25	0.63
d ₆₀ (mm)	0.4	2
Coefficient d'uniformité Cu= d ₆₀ / d ₁₀	2.5	12.5
Coefficient de courbure Cc= d ₃₀ ² / (d ₁₀ × d ₆₀)	0.98	1.24

Interprétation :

D'après les résultats de la distribution granulométrique des rejets de Sidi Kamber (Figure1) et les valeurs calculées des coefficients d'uniformité et de courbure (Tableau 11), nous constatons que la courbe des rejets bruts de flottation est discontinue ($C_c < 1$) dans ce cas, le sol est mal gradué et la granulométrie est dite serrée ($2 \leq C_u \leq 5$). Nous remarquons aussi l'absence de particules grossières avec une prédominance de sable fin. Plus de 90% des particules ont un diamètre compris entre 0.16mm et 0.063mm et seulement 6% de particules ont un diamètre qui dépasse 0,8mm.

Concernant la courbe des rejets bruts de séparation gravimétrique, elle est continue et le sol est dit bien gradué ($1 < C_c < 3$), la granulométrie de ce sol est semi-étalée ($5 < C_u \leq 20$), ce sol est composé d'environ 56% de graviers ($> 2\text{mm}$) et 28% de sable grossier (particules dont le diamètre varie entre 2mm et 0.25mm).

1.2 Caractérisation minéralogique

La caractérisation minéralogique a été effectuée à l'aide du diffractomètre des rayons X « Burker D8 » au laboratoire « CRAPC ». Les diffractogrammes des échantillons (figure 3 et 4) et leurs interprétations sont détaillés ci-après :

• Rejets bruts de flottation

Les résultats ont montré l'abondance des aluminosilicates dans les rejets de Sidi Kamber, ce qui coordonne avec la nature métamorphique des roches encaissantes (gneiss et granulites).

La figure 2 indique que l'échantillon de rejets bruts de flottation étudié est constitué de quartz « SiO_2 » (19.6%) et de sulfates sous forme de barytine « BaSO_4 » (5.8%).

Nous remarquons la présence de thiocyanates de cadmium « $\text{C}_4\text{H}_8\text{CdN}_6\text{S}_4$ » (24.23%) qui se présente sous forme d'ions de cadmium entourés d'atomes de soufre sous forme de ligands (un complexe métalorganique), ce complexe synthétique résulte des ajouts chimiques des réactifs. Le composé organique « p-Di-tert-butylbenzene » ($\text{C}_{14}\text{H}_{22}$) a été détecté avec un pourcentage élevé (50.3%), pouvant être issue de réactifs chimiques.

Il est à noter que la caractérisation minéralogique faite par (Issaad et al, 2019) montre aussi l'existence de Muscovite « $\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH}, \text{F})_2$ » (9.28-15.9%), chlorite « $(\text{Fe}, \text{Mg}, \text{Al})_6(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ » (3.14-13.29%), Albite « $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ » (3.13-8.19%), corindon « Al_2O_3 » (1.2-8.29%), la pyrite « FeS_2 » (2.05-6.62%) ainsi que la chalcopirite « CuFeS_2 », galène « PbS », sphalérite « ZnS » et les oxydes de fer.

• Rejets bruts de séparation gravimétrique

L'analyse quantitative par DRX de l'échantillon de rejets bruts de séparation gravimétrique a démontré qu'il était constitué de quartz « SiO_2 » (14.2%), l'anglésite et la barytine « $(\text{Pb}, \text{Ba})\text{SO}_4$ » (32%), ainsi que les thiocyanates de cadmium « $\text{C}_4\text{H}_8\text{CdN}_6\text{S}_4$ » (23%) et « p-Di-tert-butylbenzene » « $\text{C}_{14}\text{H}_{22}$ » (28.6%). Nous observons aussi la présence de beudantite « $\text{PbFe}_3(\text{AsO}_4)(\text{SO}_4)(\text{OH})_6$ » (2.2%) qui est un minéral secondaire issue de l'oxydation des rejets des sulfures polymétalliques. Selon (Issaad et al, 2019) d'autres minéraux sont présents, tel que l'albite « $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ » (2.89-12.40%), chlorite « $(\text{Fe}, \text{Mg}, \text{Al})_6(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ » (1.92-15.55%), muscovite « $\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH}, \text{F})_2$ » (3.23-14.53%) en plus de la pyrite « FeS_2 » (4.06-9.79%) ; chalcopirite « CuFeS_2 » ; galène « PbS » et sphalérite « ZnS ». L'hématite « Fe_2O_3 », la goéthite « $\text{FeO}(\text{OH})$ » et le gypse « $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ » sont les principaux minéraux secondaires.

Nous remarquons l'absence totale des minéraux carbonatés dans les deux types de rejets analysés, ce qui les rend susceptibles de générer de l'acidité.

echn 1 (2Theta/Theta couplés)

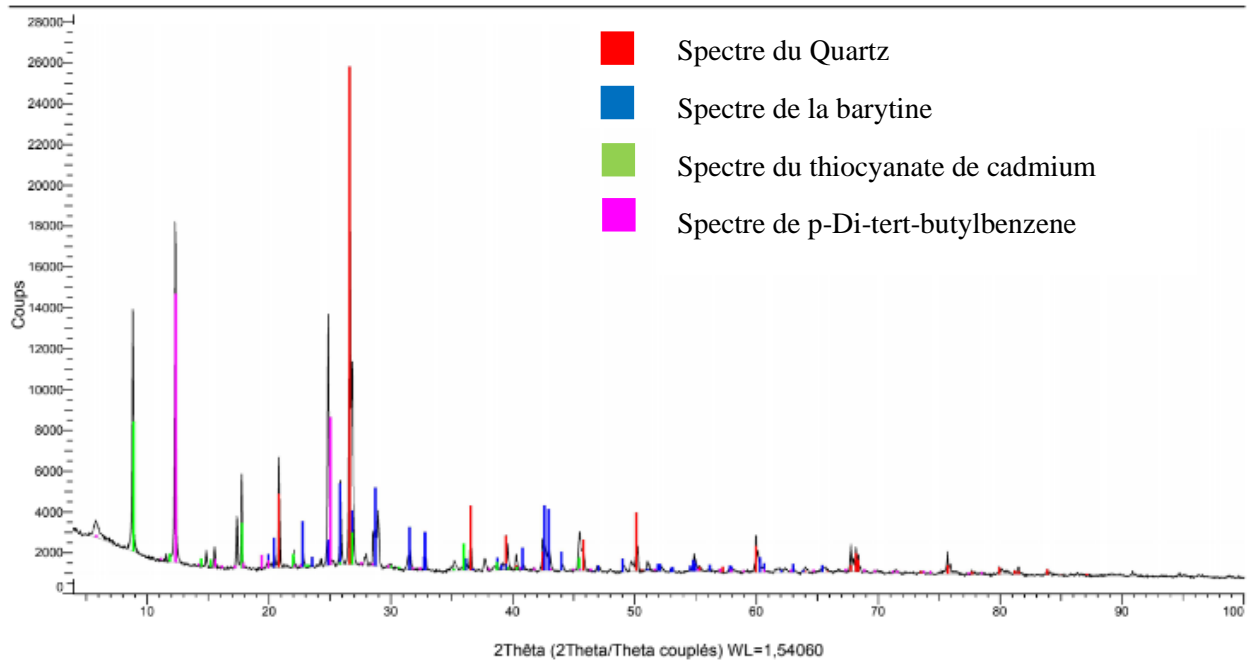


Figure 76: Spectre DRX des rejets bruts de flottation.

echn 2 (2Theta/Theta couplés)

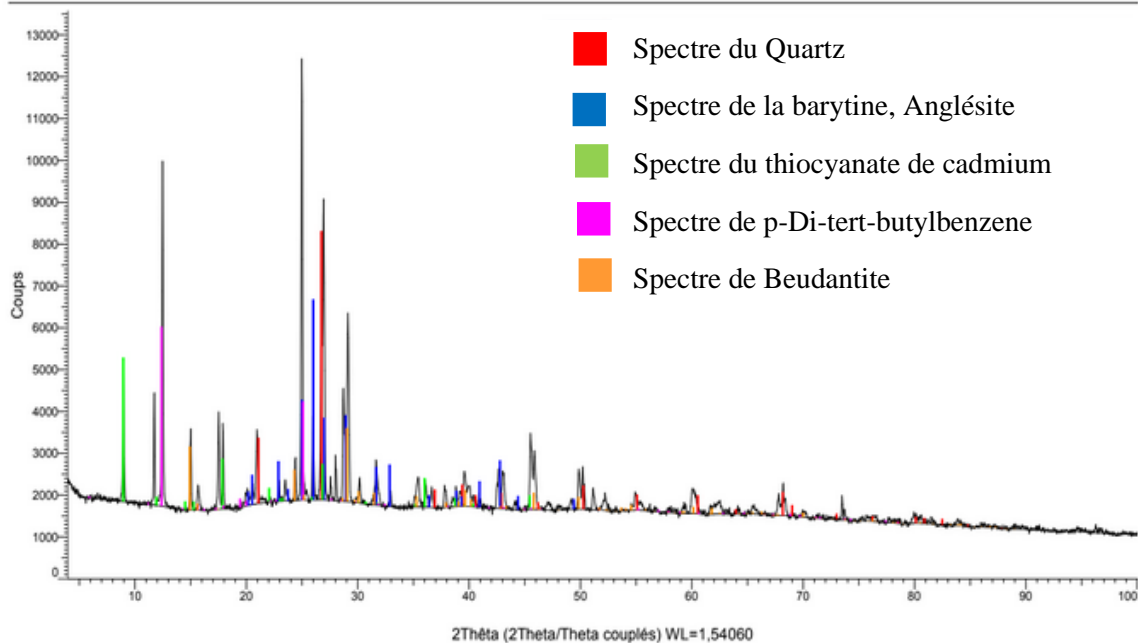


Figure 77: Spectre DRX des rejets bruts de séparation gravimétrique.

1.3 Caractérisation chimique

1.3.1 Spectrométrie de Fluorescence X (XRF)

L'analyse par fluorescence X a été réalisée par l'analyseur Niton XL2 (ASN n°XNITON 002) au laboratoire d'AGENOR (Agence Nationale de Transformation et Distribution de l'Or et Autres Métaux Précieux). Les éléments détectés sont regroupés dans le tableau 12.

Tableau 23 : Pourcentages des éléments métalliques présents dans les échantillons de Sidi Kamber.

Echantillon Elément	Fe	Pb	Zn	Cu	Cd	Cr	Mn
Rejets bruts de flottation	52.0 %	5.95 %	1.54 %	0.44 %	0.82 %	2.52 %	1.6 %
Rejets bruts de séparation gravimétrique	54.32%	17.74 %	2.13%	0.56 %	0.48 %	1.66 %	0.93%

L'analyse chimique par XRF des rejets de Sidi Kamber a révélé que le pourcentage du même élément diffère au sein des deux échantillons analysés malgré leur appartenance au même site minier ; cela est dû à la différence des méthodes de traitement (flottation et séparation gravimétrique).

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que le fer est l'élément le plus abondant avec de fortes proportions, 52% pour les rejets bruts de flottation et 54.32% pour les rejets bruts de séparation gravimétrique. Cette quantité considérable de fer est due à la présence des sulfures de fer (pyrite, chalcoppyrite).

Nous notons aussi une présence de plomb avec 17.74% et 5.95% pour les rejets de séparation gravimétrique et les rejets de flottation respectivement.

La présence du plomb en grande quantité dans les rejets bruts de séparation gravimétrique peut être expliquée par la valorisation de la galène par gravimétrie à l'époque d'activité de la mine.

Des éléments traces tel que le cuivre et le cadmium ont montré respectivement des valeurs de 0.44% ; 0.82% pour les rejets bruts de flottation et 0.56% ; 0.48% pour les rejets bruts de séparation gravimétrique. La présence de cadmium et métaux lourds ajoute un caractère toxique aux échantillons. Nous trouvons aussi le zinc avec (2.13 %) dans les rejets bruts de séparation gravimétrique, il est de moindre valeur pour les rejets bruts de flottation (1.54%) ; car la sphalérite était traitée par flottation, le zinc dans ce cas représente le produit de mousse (concentré).

Quant aux chrome et manganèse, la valeur est respectivement 2.52% ; 1.6% pour les rejets bruts de flottation et 1.66 % ; 0.93 % pour les rejets bruts de séparation gravimétrique.

2 Essais de flottation

Lors des essais de flottation réalisés sur les rejets bruts du minerai de Sidi Kamber, un seul paramètre a été étudié :

- La Variation de la concentration du collecteur (100g/t ;200g/t ;300g/t ;400g/t et 500g/t).

Le tableau13 ci-dessous résume les paramètres modifiés lors des essais.

Tableau24:Paramètres modifiés pour la flottation des rejets bruts de flottation.

Numéro d'essai	1	2	3	4	5
pH final (ajustement avec Na ₂ CO ₃)	10				
Concentration de sulfates de cuivre (g/t)	400				
Concentration d'Xanthate (g/t)	100	200	300	400	500
Huile de pin	1 goutte				

Après avoir effectué une flottation principale et de contrôle, les échantillons ont été filtrés, séchés et analysés. Le tableau14, ci-après résume les rendements des produits de flottation.

Tableau25:Rendement des produits de flottation de l'échantillon de Sidi Kamber.

Numéro d'essai	1	2	3	4	5
Concentration d'Xanthate (g/t)	100	200	300	400	500
Concentré (g)	97.10	125.55	105.64	90.04	79.66
Rendement pondéral (%)	25.89	33.48	28.17	24.01	21.24
Concentré de contrôle (g)	44.06	27.24	47.96	79.55	64.70
Rendement pondéral (%)	11.75	7.26	12.79	21.21	17.25
Rejet (g)	233.84	222.21	221.40	205.41	230.64
Rendement pondéral (%)	62.36	59.26	59.04	54.78	61.51

L'analyse XRF des concentrés de flottation principale et de contrôle a révélé les teneurs suivantes, (tableau 15).

Tableau26:Pourcentages des éléments métalliques présents dans les échantillons (concentrés de flottation principale et de contrôle).

Echantillon	Concentration de Xanthate (g/t)	Fe	Pb	Zn	Cu	Cd	Cr	Mn
Concentré de flottation principale	100	53.65 %	6.33 %	1.43 %	0.73 %	0.56 %	4.16 %	1.68 %
	200	56.25 %	6.26 %	1.49 %	0.72 %	0.75 %	3.06 %	1.55 %
	300	61.20 %	7.23 %	1.56 %	0.79 %	0.59 %	2.50 %	1.24 %
	400	58.7 %	6.88 %	1.49 %	0.82 %	0.45 %	3.46 %	1.36 %
	500	52.28 %	5.26 %	1.31 %	0.77 %	0.77 %	4.15 %	2.01 %
Concentré de flottation de contrôle	100	47.44 %	5.36 %	0.12 %	0.80 %	0.84 %	4.86 %	1.99 %
	200	29.36 %	2.36 %	0.65 %	0.92 %	1.34 %	8.05 %	3.35 %
	300	36.66 %	3.22 %	0.77 %	0.74 %	0.82 %	8.68 %	3.27%
	400	55.33 %	5.98 %	1.34 %	0.83 %	0.66 %	3.90 %	1.81 %
	500	48.78 %	4.96 %	1.22 %	0.84 %	0.82 %	5.07 %	2.42%

D'après les résultats obtenus, nous constatons l'abondance du fer dans les concentrés, quel que soit le type de flottation (principale ou de contrôle). On enregistre une valeur maximale (61.20%) dans le concentré de flottation ayant une concentration de Xanthate égale à 300g/t, quant aux autres concentrés de flottation principale ; on note (53.65%) pour la concentration de xanthate de 100g/t ;(56.25%) pour 200g/t ; (58.7%) pour 400g/t et (52.28%) pour 500g/t. Les teneurs du fer pour la flottation de contrôle varient entre 29.36% et 55.33%.

Concernant le plomb, on enregistre des valeurs similaires (entre 5% et 7%) pour la flottation principale quel que soit la quantité du collecteur, le zinc dans les concentrés de flottation principale est de l'ordre de 1,4% pour les concentrations de xanthate de 100g/t ;200g/t et 400g/t et de (1,319%) pour 500g/t, quant à la concentration 300g/t, elle a donné une valeur optimale de (1,56%).

Le chrome et le manganèse présentent des valeurs maximales pour les concentrés de flottation de contrôle, la teneur de chrome est aux alentours de 8% et celle de manganèse est autour de 3% pour les concentrations de xanthate de 200g/t et 300g/t.

Pour le cuivre et le cadmium, nous remarquons leur présence en trace.

Le tableau 16, regroupe la récupération et les teneurs en métaux au sein des échantillons de Sidi Kamber, accompagné des courbes (5 ;6 ;7) qui illustrent bien les résultats obtenus.

Tableau27:Résultats de la récupération et la teneur en métaux pour les essais de flottation.

[Xanthate] (g/t)	Flottation principale							Flottation de contrôle							Récupération Totale (%)		
	Rend (%)	Teneur %			Récupération %			Rend (%)	Teneur %			Récupération %					
		Fe	Pb	Zn	Fe	Pb	Zn		Fe	Pb	Zn	Fe	Pb	Zn	Fe	Pb	Zn
100	25.89	53.65	6.33	1.43	26.71	27.53	24.11	11.75	11.75	5.36	0.12	10.71	10.59	0.93	37.42	38.12	25.04
200	33.48	56.25	6.26	1.49	36.21	35.19	32.37	7.26	7.26	2.36	0.65	4.1	2.88	3.08	40.31	38.07	35.45
300	28.17	61.20	7.23	1.56	33.15	34.20	28.51	12.79	12.79	3.22	0.77	9.01	6.91	6.45	42.16	41.11	34.96
400	24.01	58.70	6.88	1.49	27.10	27.77	23.24	21.21	21.21	5.98	1.34	22.57	21.31	18.57	28.44	49.08	41.81
500	21.24	52.28	5.26	1.31	21.35	18.77	18.18	17.25	17.25	4.96	1.22	16.18	14.38	13.71	37.53	33.15	31.89

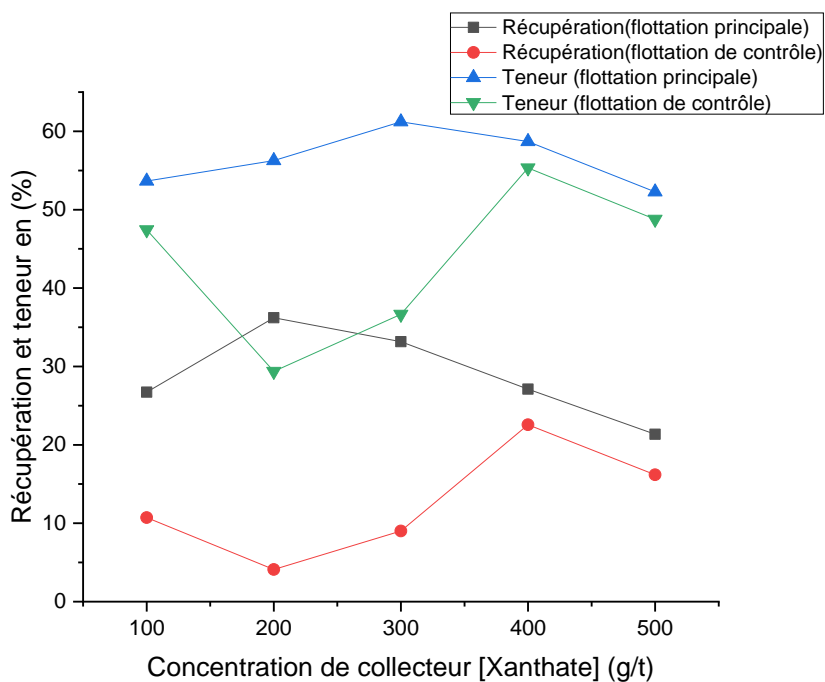


Figure 78:Récupération et teneur du fer dans le concentré de flottation principale et de contrôle, en fonction de la concentration de collecteur [Xanthate].

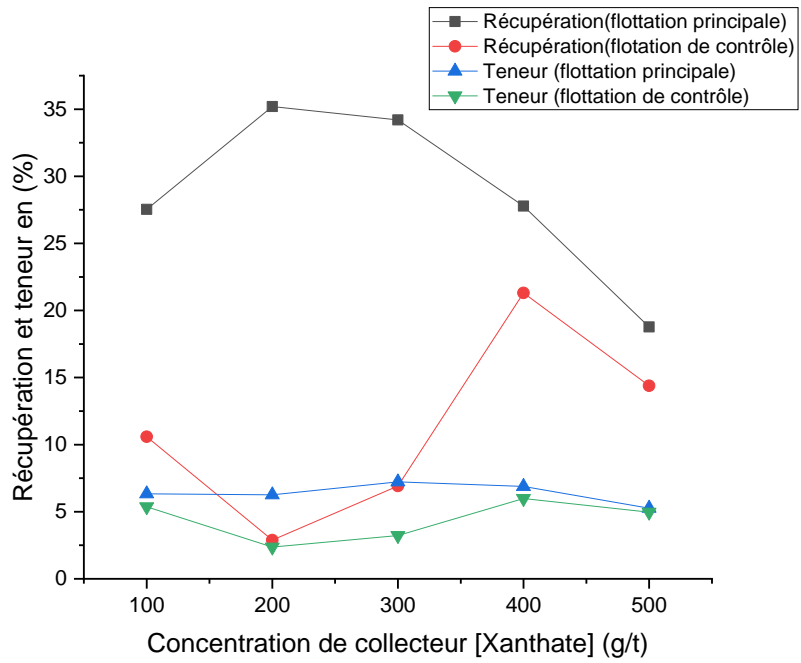


Figure 79:Récupération et teneur du plomb dans le concentré de flottation principale et de contrôle, en fonction de la concentration de collecteur [Xanthate].

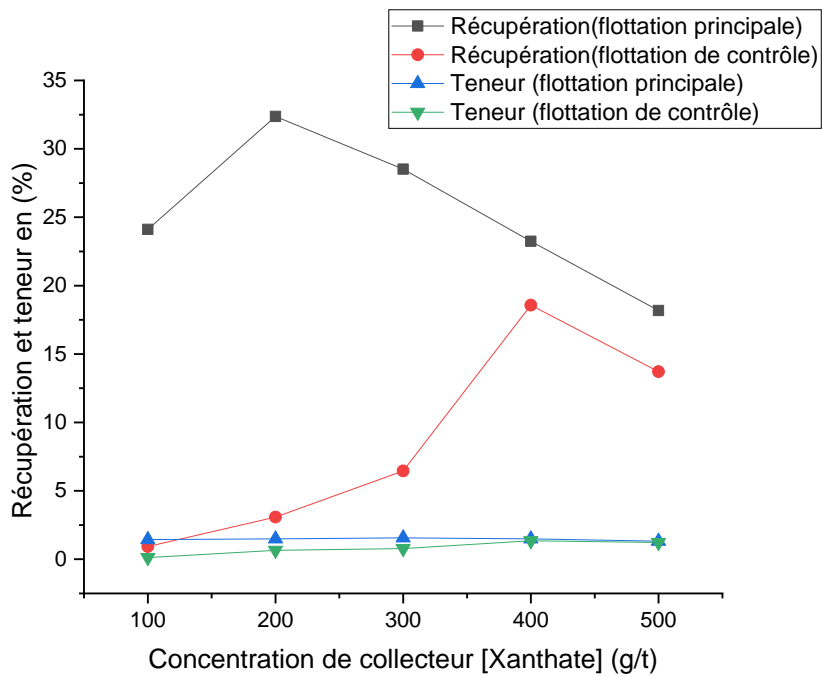


Figure 80:Récupération et teneur du Zinc dans le concentré de flottation principale et de contrôle, en fonction de la concentration de collecteur [Xanthate].

Interprétation des résultats :

- Le fer :

La figure (5) représente la récupération et la teneur en fer en fonction de la concentration de xanthate dans le concentré de flottation principale et de contrôle, on s'aperçoit que la variation de la teneur et la récupération du métal passe par plusieurs intervalles pour chaque type de concentré.

La meilleure concentration du collecteur pour le concentré principal était 300 g/t et qui a donné une teneur de fer de 61.20% avec un taux de récupération de presque 33.2%.

Pour le concentré de contrôle, les courbes de teneur et de récupération de fer ont la même allure, montrant un accroissement dans l'intervalle [200-400] g/t de xanthate, la récupération et la teneur en fer accostent un pic de (55.333 %) ; (22.573%) respectivement pour une concentration de xanthate de 400g/t qui s'avère optimale pour ce type de concentré.

- Le plomb :

La figure (6) illustre la récupération et la teneur en plomb en fonction de la concentration de xanthate dans le concentré de flottation principale et de contrôle ; les courbes évoluent de manière différente.

La teneur, demeure presque stable au sein du concentré principal pour toutes les concentrations de collecteur, nous distinguons un optimum de 7.23% pour la concentration de 300g/t.

Les concentrations 200g/t et 300g/t de collecteur, ont donné une bonne récupération et teneur en plomb (35.19 % de récupération correspond à la concentration 200g/t).

A propos du concentré de contrôle, la teneur et la récupération évoluent de la même façon ; un maximum de récupération de 21.310% et de teneur en plomb de 5.982% est obtenu pour la concentration de 400g/t du collecteur, qui représente la concentration optimale dans ce cas. Nous constatons alors que la teneur est proportionnelle à la récupération.

- Zinc :

La figure (7) indique la récupération et la teneur en Zinc en fonction de la concentration de xanthate dans le concentré de flottation principale et de contrôle ; nous observons que les courbes ne montrent pas de similitudes.

Concernant le concentré principal, la récupération du Zinc atteint une valeur maximale de 32.370% pour une concentration de 200g/t de xanthate. La teneur en Zinc demeure stable pour toutes les concentrations du collecteur, nous observons un optimum de 1.56% pour la concentration 300g/t.

Nous constatons que les concentrations du collecteur 200g/t et 300 g/t ont donné la meilleure récupération et teneur en Zinc pour le concentré principal.

Quant au concentré de contrôle, la récupération est de 18.570 % pour une concentration 400g/t de collecteur, cette valeur correspond à une teneur en zinc de 1.349 %.

Nous remarquons que la concentration 400g/t du collecteur donne de bons résultats vis-à-vis la récupération et la teneur en zinc pour le concentré de contrôle.

D'après les résultats obtenus, nous constatons que :

-la concentration optimale du collecteur (xanthate) pour la flottation principale est de 300g/t tandis que pour la flottation de contrôle elle est de 400g/t.

En conclusion de cette partie expérimentale, nous proposons le procédé de traitement suivant :

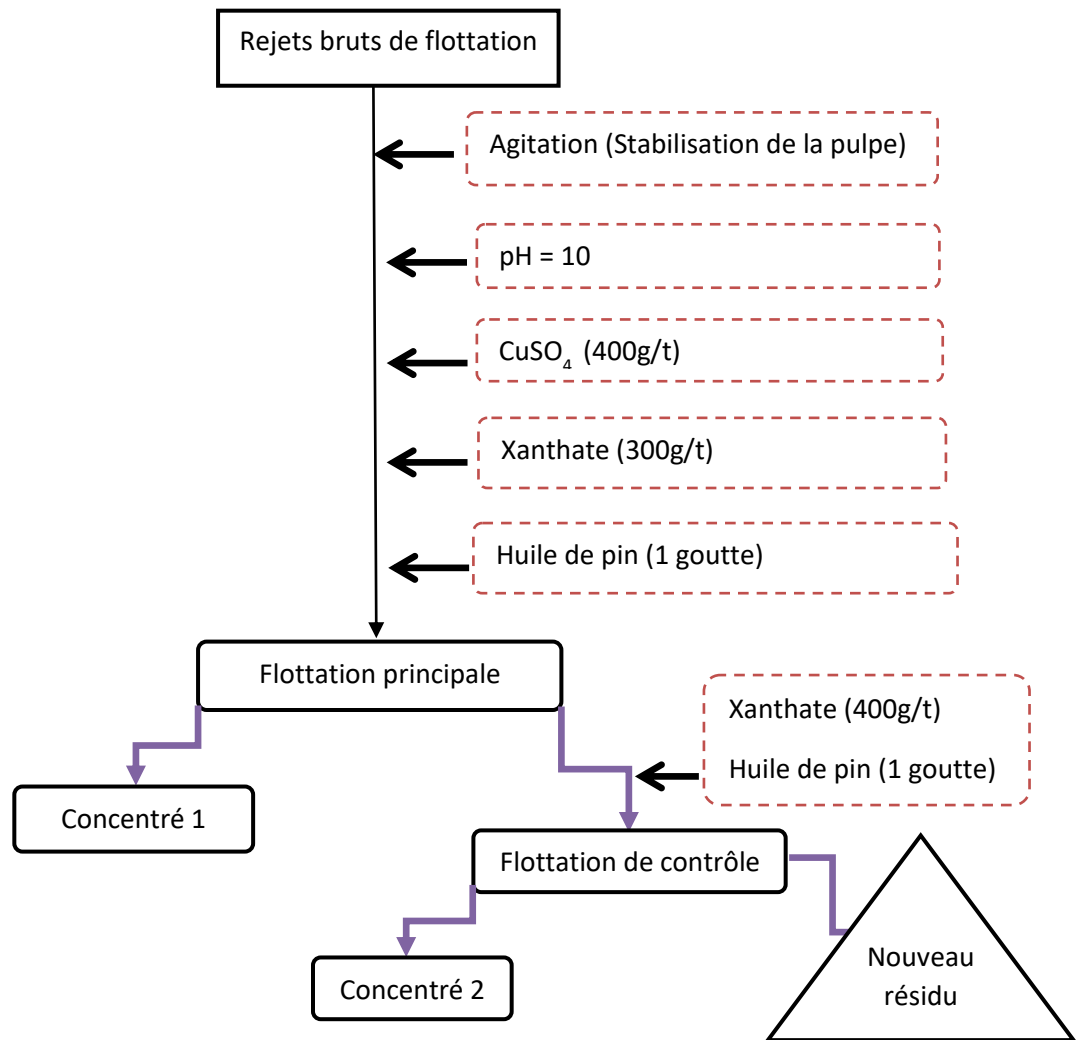


Figure 81:Flow-sheet de la flottation de l'échantillon du minerai de Sidi Kamber.

3 Essais de separation gravimétrique

Le tableau ci-après résume les résultats de la séparation gravimétrique réalisée par table à secousses.

Tableau28:Rendement des produits de la séparation gravimétrique.

Essai	Concentré (g)	Rendement pondérale (%)	Rejets (zone3) (g)	Rendement pondérale (%)	Rejets (zone4) (g)	Rendement pondérale (%)	Poids Total(g)
1	43	14.33	162	54	95	31.67	300
2	40	13.33	155	51.67	105	35	300
3	36	12	150	50	114	38	300
4	43	14.33	152	50.67	105	35	300

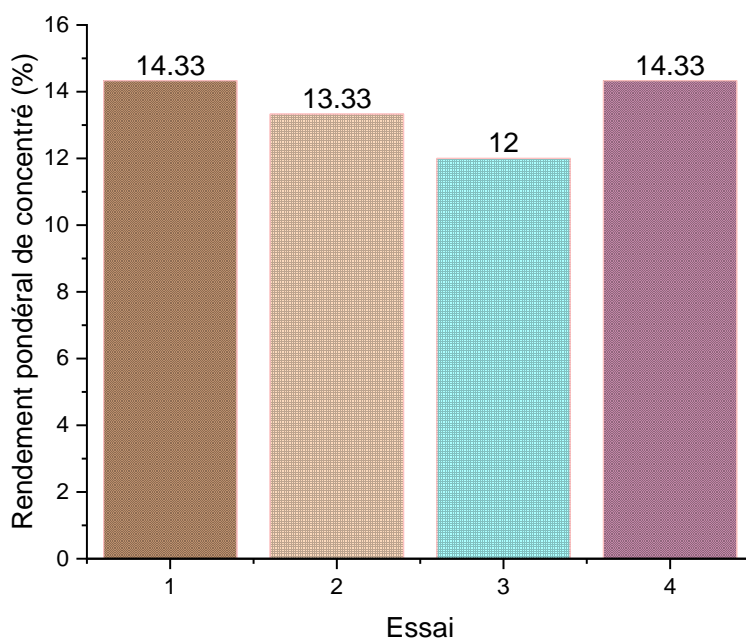


Figure 82:Rendements pondéraux des concentrés de séparation gravimétrique.

Interprétation des résultats :

La figure (9) illustre les rendements pondéraux des concentrés de séparation gravimétrique des 4 essais réalisés, nous remarquons une différence des valeurs entre les essais.

Le premier et le quatrième essai, ont donné le même rendement pondéral estimé à 14,33% tandis que le deuxième et le troisième essai ont enregistré respectivement 13.33% et 12%. De ce fait, nous constatons un rendement pondéral moyen de 13.5 %.

Il est à noter que ces essais sont à compléter par des analyses chimiques, qui pourront, par la suite, mieux nous renseigner sur les teneurs des métaux au sein des échantillons étudiés.

4 Essais Statiques

Les résultats des essais statiques d'après le protocole modifié de (Lawrence et Wang, 1996) sont détaillés dans le tableau 1.

Tableau29:Résultats des essais statiques.

Nature de l'échantillon	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de séparation gravimétrique
t=0h Volume de HCl à 1N ajouté (ml)	1	1
t=2h Volume de HCl à 1N ajouté (ml)	1	1
t=22h Volume de HCl à 1N ajouté (ml)	0.09	0.12
Volume de HCl à 1N Total ajouté (ml)	2.09	2.12
t=24h Volume de NaOH à 0.1N ajouté (ml)	10	20.3
S%	2.81	4.32
PN (Kg CaCO₃/t)	27.25	2.25
PA (Kg CaCO₃/t)	87.8125	135
PNN (Kg CaCO₃/t)	-60.5625	-132.75
PN/PA	0.31	0.017

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que la valeur du potentiel de neutralisation pour tous les échantillons est très petite, avec un maximum de (27.25Kg CaCO₃/t) pour les rejets bruts de flottation.

Quant au potentiel acidogène, nous constatons que les valeurs sont significativement grandes pour tous les échantillons compte tenu de l'oxydation des minéraux sulfureux, les valeurs de PA obtenues sont : 87.81 Kg CaCO₃/t pour les rejets bruts de flottation et 135Kg CaCO₃/t pour les rejets bruts de séparation gravimétrique.

En se référant au critère de (Miller et al ,1991) ou celui du rapport PN/PA (Adam et al ,1997) illustré dans la (figure 1) ci-dessous, tous les rejets bruts de Sidi Kamber sont fortement générateurs d'acidité. Les rejets bruts de séparation gravimétrique ont un pouvoir net de neutralisation équivalent à (- 132.75Kg CaCO₃/t), il est plus problématique comparé à celui des rejets bruts de flottation (- 60.5625 Kg CaCO₃/t).

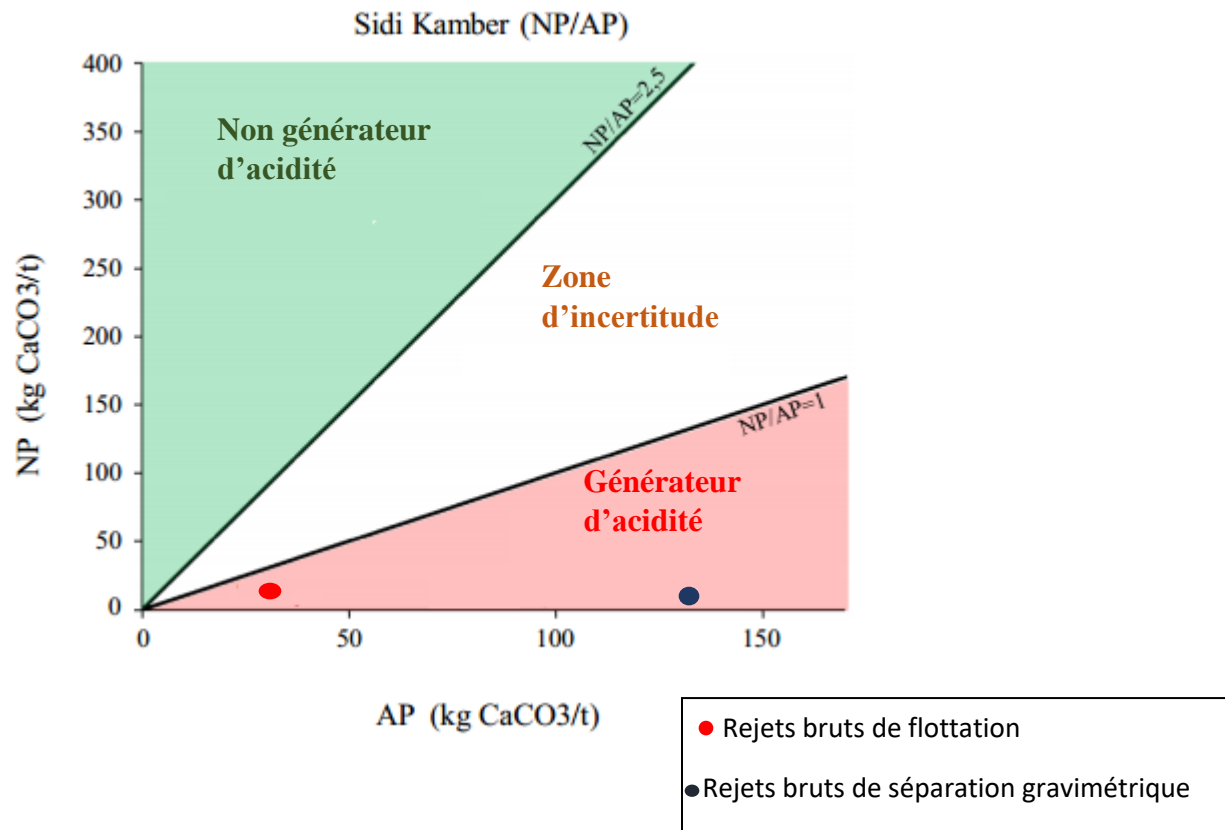


Figure 83:Caractérisation environnementale des rejets de Sidi Kamber (critère Adam et al ,1997).

5 Essais cinétiques

5-1 Isolement de bactéries acidophiles (*Acidithiobacillus Ferroxidans*)

Le suivi des échantillons incubés dans le but d'isoler les bactéries acidophiles a abouti à des mesures de pH et du potentiel Redox ainsi que la densité optique pendant 7 jours.

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 3 et 4 ainsi que les figures 2 ,3 ,4 et 5.

Tableau30: Mesure des paramètres électrochimiques pendant l'isolement de bactéries acidophiles.

Jour	Souche bactérienne	PH	P. Redox (mv)
Jour 1	1	2.03	512
	2	2.06	509.5
	3	2.09	508.1
Jour 2	1	2.19	499.6
	2	2.19	498.9
	3	1.79	522.2
Jour 3	1	2.40	487.1
	2	2.65	473.2
	3	1.83	522.3
Jour 4	1	2.52	544.2
	2	2.57	529
	3	1.80	572.6
Jour 5	1	2.38	580
	2	2.41	567.2
	3	1.91	563.6
Jour 6	1	2.09	580.6
	2	2.16	573.6
	3	1.75	601.1
Jour 7	1	2.05	581
	2	2.12	575
	3	1.65	603

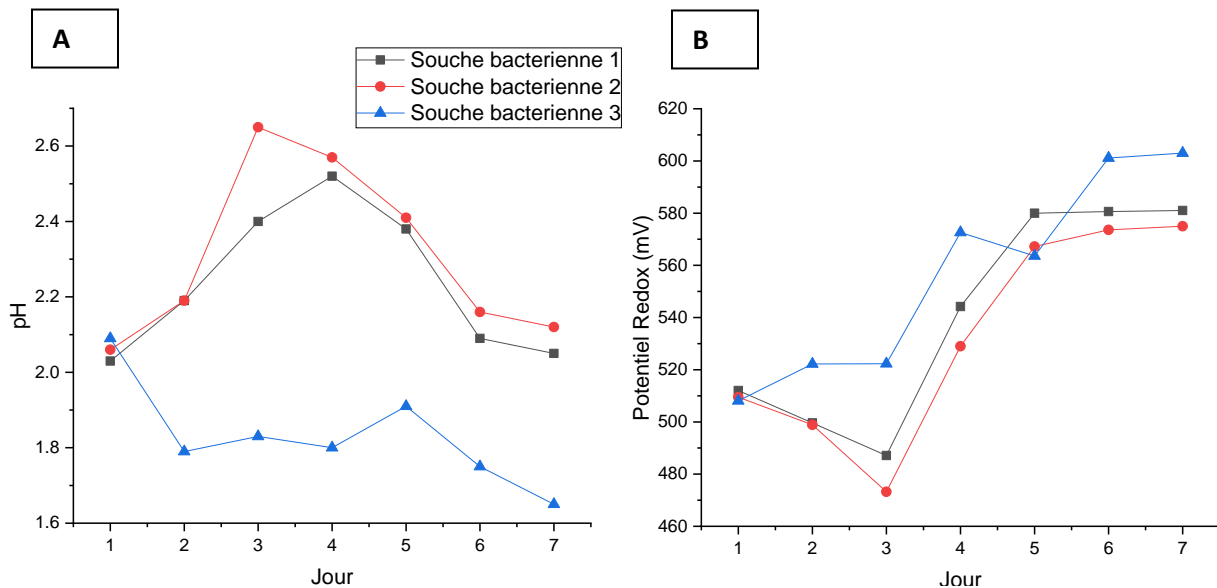


Figure 84: A : Evolution du pH des souches bactériennes ; B : Evolution du potentiel Redox des souches bactériennes.

Interprétation des résultats

- pH :

La figure 2 (A) représente l'évolution du potentiel d'hydrogène des trois souches bactériennes en fonction du temps. Au cours des quatre premiers jours, le pH augmente avec une vitesse moyenne pour la souche bactérienne 1 partant d'un pH initial de 2.03, il heurte une valeur maximale de 2.52 au quatrième jour. Au cours des trois jours qui suivent le pH diminue graduellement jusqu'à atteindre une valeur de 2.05 au septième jour.

Pour la souche bactérienne 2, ayant un pH initial de 2.06 ; elle passe par une hausse de pH au bout des trois premiers jours (pH=2.65). Pour les quatre jours qui succèdent, une diminution du pH est observée (pH=2.12) au septième jour.

Quant à la troisième souche bactérienne, ayant un pH initial de 2.09, les valeurs de pH ne cessent de fluctuer. Au deuxième jour le pH baisse (pH=1.75), puis commence à s'accroître le jour suivant (pH=1.83) pour qu'il se quasi-stabilise jusqu'au cinquième jour où nous enregistrons un pH=1.91.

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

- Potentiel d'oxydoréduction :

La figure 2 (B) illustre l'évolution du potentiel d'oxydoréduction des trois souches bactériennes en fonction du temps, il ressort de cette figure principalement 2 différentes parties.

La première partie (3 premiers jours) se caractérise par une diminution du potentiel d'oxydoréduction, la souche 1 passe d'un Eh initial de 512mV au 487.1mV. Concernant la deuxième souche ayant initialement une valeur du potentiel d'oxydoréduction de 509.5mV, nous observons une diminution jusqu'à atteindre une valeur de 473.2mV.

La deuxième partie se désigne par une augmentation du potentiel d'oxydoréduction où le Eh s'amplifie avec une grande vitesse atteignant un pic de 581mV pour la première souche et de 575mV pour la deuxième souche au septième jour.

La troisième souche bactérienne se singularise par une phase d'augmentation de la valeur de Eh partant initialement de 508.1mV. Cette phase comprend plusieurs fluctuations, une atténuation de la valeur de Eh a été enregistrée au troisième et cinquième jour (522.3mV et 563.6mV), l'accroissement continue jusqu'à atteindre un extremum de 603mV au septième jour.

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

D'après l'utilisation éventuelle des résultats de l'étalonnage en UFC ou en biomasse sèche nous pouvons facilement passer de la densité optique à l'UFC/ml en multipliant par un facteur de

2.2×10^9 et aussi d'avoir les résultats en g/l de biomasse sèche avec un facteur de 0.7. De plus, on constate qu'une valeur de 0.1 DO est équivalente à 2×10^8 Bactéries/ml.

Les résultats sont regroupés dans le tableau 3 ci-dessous :

Tableau31: Résultats d'évolution du nombre de bactérie dans les souches bactériennes.

Jour	Souche bactérienne	Densité Optique	UFC/ml $\times 10^{10}$	Biomasse sèche g/l	Bactéries/ml $\times 10^{10}$
Jour 1	1	17.37	3.82	12.15	3.47
	2	9.13	2.01	6.39	1.82
	3	3.72	0.82	2.60	0.74
Jour 2	1	17.18	3.78	12.02	3.43
	2	8.81	1.94	6.16	1.76
	3	3.18	0.70	2.22	0.63
Jour 3	1	16.15	3.55	11.30	3.23
	2	8.52	1.87	5.96	1.70
	3	2.50	0.55	1.75	0.50
Jour 4	1	27.96	6.15	19.57	5.59
	2	5.50	1.21	3.85	1.10
	3	6.50	1.43	4.55	1.30
Jour 5	1	34.17	7.51	23.91	6.83
	2	5.84	1.28	4.08	1.16
	3	4.22	0.92	2.95	0.84
Jour 6	1	33.44	7.35	23.40	0.66
	2	21.63	4.75	15.14	0.43
	3	27.47	6.04	19.22	0.54

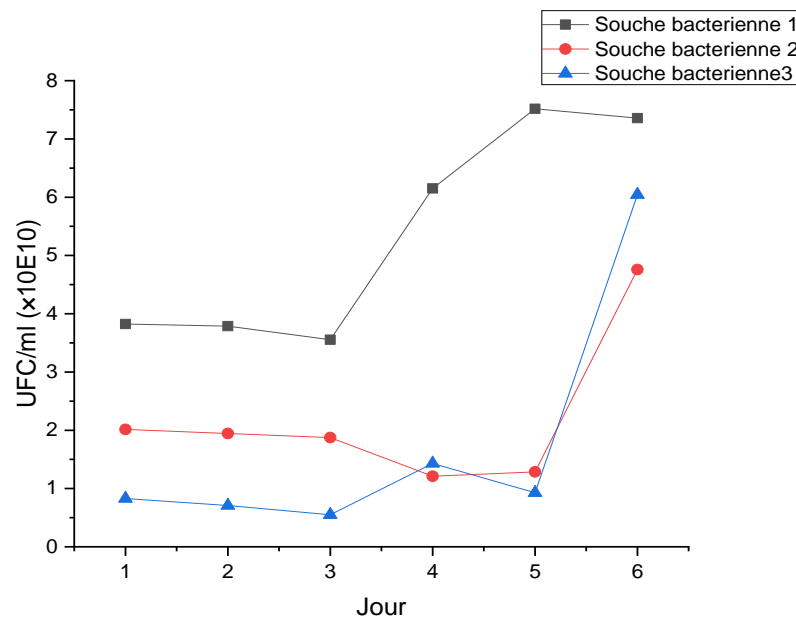


Figure 85: Croissance bactérienne.

Interprétation des résultats :

- Croissance bactérienne :

La figure 3 désigne l'évolution du nombre des unités formant colonies présentes dans un millilitre d'inoculum en fonction du temps pour les trois souches bactériennes.

L'allure des courbes présente des similitudes, nous remarquons l'existence de deux phases de croissance bactérienne (phase de latence et phase exponentielle). La phase de latence aux trois premiers jours, se traduit par une quasi-stabilité des valeurs, ainsi pendant ce temps la bactérie synthétise les enzymes adaptées au nouveau substrat (milieu de culture). Par la suite, nous enregistrons une augmentation exponentielle du nombre de bactéries, on obtient des valeurs maximales au sixième jour, ce qui concorde avec la phase exponentielle d'évolution de la bactérie (4.75×10^{10} UFC/ml pour la deuxième souche et 6.04×10^{10} UFC/ml pour la troisième souche) tandis que la première souche atteint un maximum de 7.51×10^{10} UFC/ml au cinquième jour et l'évolution reste quasi-stationnaire au sixième jour (7.35×10^{10} UFC/ml).

5-2 Colonies d'*Acidithiobacillus Ferroxidans* :

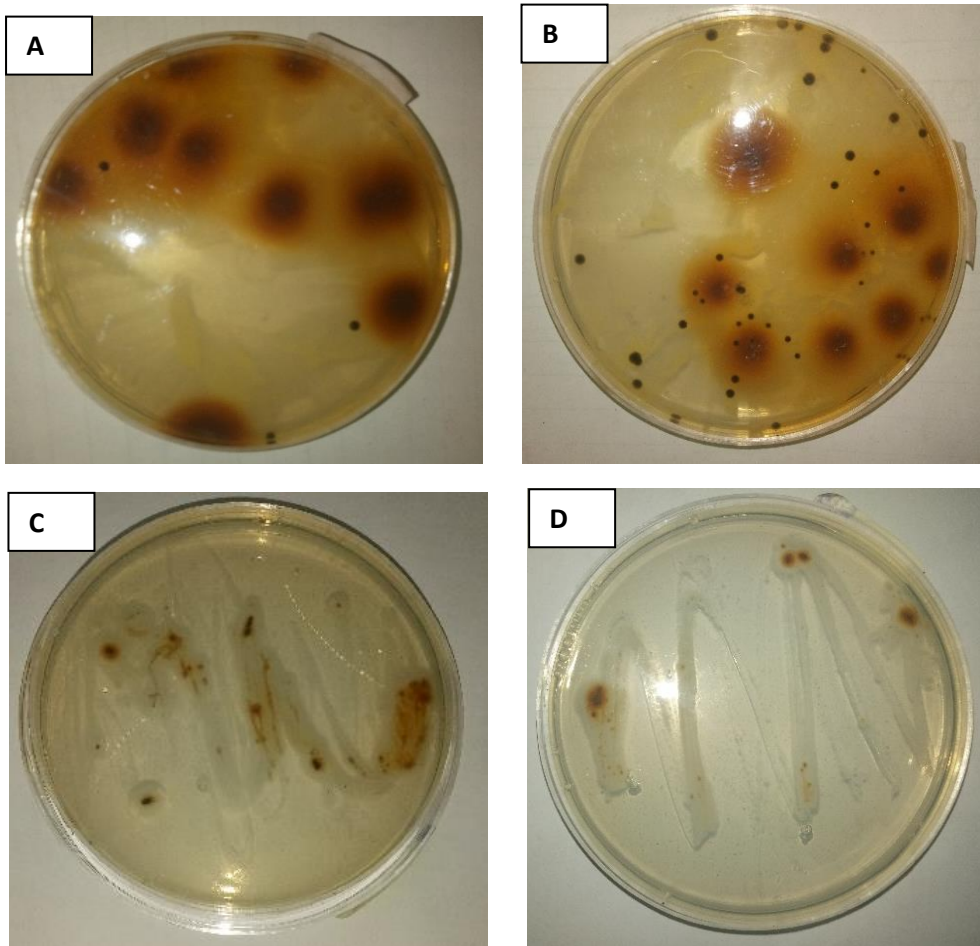


Figure 86: Aspect macroscopique de colonies d'*Acidithiobacillus Ferroxidans* (A, B) cultivée dans le milieu N3K modifié pH=4.45(C, D) ensemencement dans le milieu N3K modifié pH=3,11.

L'incubation des boîtes de pétri dans le milieu N3K modifié à 30°C pendant 5 jours, a donné des résultats satisfaisants montrant à l'œil nu des colonies de bactéries acidophiles de petite taille et de bords réguliers ayant une forme circulaire avec un relief bombé et une surface lisse de couleur noir, il s'agit bien de l'espèce *A. ferroxidans*.

On peut aussi observer de grosses colonies noires (taille supérieure à 5mm) en forme d'étoile, possédant un relief plat avec une surface rigoureuse et un contour irrégulier, cette morphologie est englobée dans une matrice extracellulaire adhésive et protectrice secrétée par les bactéries (auréoles marron clair et blanchâtres).

Quant aux résultats de l'ensemencement à partir de ces colonies de bactéries dans le milieu N3K modifié de pH=3,11 les colonies observées sont similaires à celle obtenues précédemment confirmant le résultat positif de cet ensemencement, nous avons alors obtenu des colonies d'*Acidithiobacillus Ferroxidans*.

5-3 Coloration Gram

L'observation des lames a été effectuée par un microscope optique « Nikon Eclipse E200 ».



Figure 87: microscope optique Nikon.

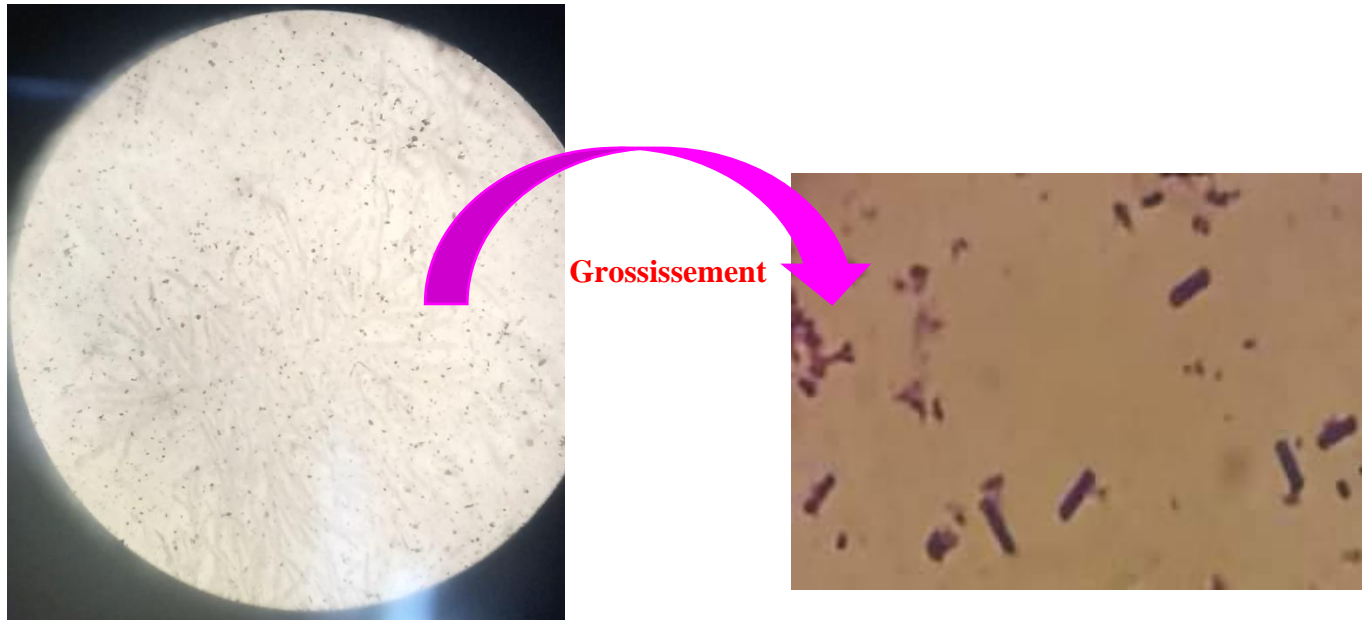


Figure 88 : Aspect microscopique des bactéries *A. ferroxidans* .

L'observation microscopique des lames montre des bacilles de différentes tailles colorés en rose ce qui explique que *A. ferroxidans* est une bactérie à gram négatif ayant une paroi fine pauvre en peptidoglycane et une structure bimembrannée qui s'organise en trois principales parties : une membrane externe composée de phospholipides et porines (protéines de transport) , un espace périplasmique qui permet le stockage des enzymes et nutriments et une membrane plasmique qui contient des complexes protéiques comme ATP synthase qui a un rôle prépondérant dans le métabolisme bactérien.

5.2 résultats des essais bio-cinétiques

Les études en laboratoire, et plus précisément celles visant la prédiction de la production d'effluents miniers acides, sont confrontées à deux obstacles majeurs :

- 1) La représentation, à l'échelle du laboratoire, des processus chimiques et biologiques prévalant à l'échelle réelle (in-situ).
- 2) la simulation, au cours d'une période de temps raisonnable, des cinétiques lentes entraînées dans la production de drainage minier acide.

Les résultats des essais biocinétiques sont discutés ci-après (voir les tableaux en Annexe).

5.2.1 Milieu 9K sans sulfates de fer :

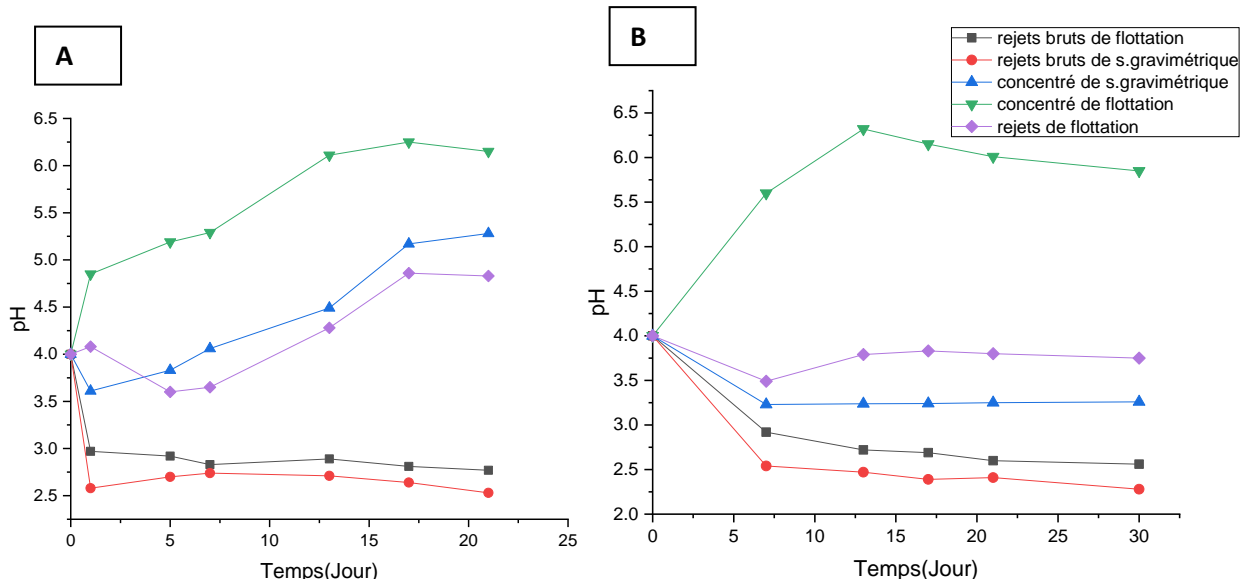


Figure 89: Evolution de la valeur du pH en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).

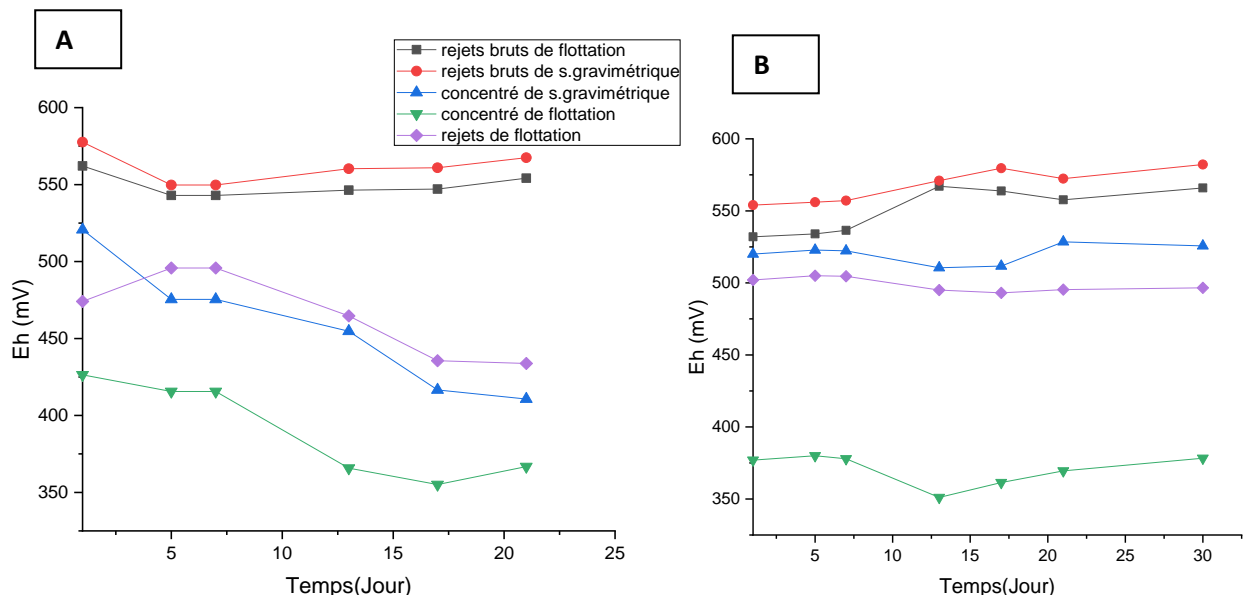


Figure 90: Evolution de la valeur du potentiel d'oxydoréduction en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).

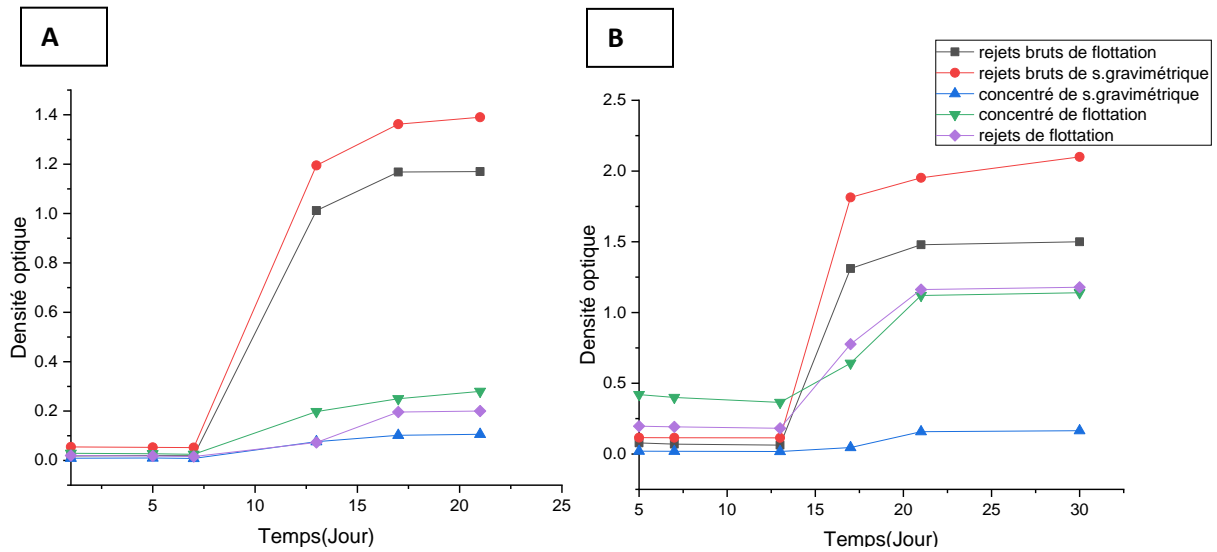


Figure 91: croissance bactérienne en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A: sans agitation ; B : avec agitation).

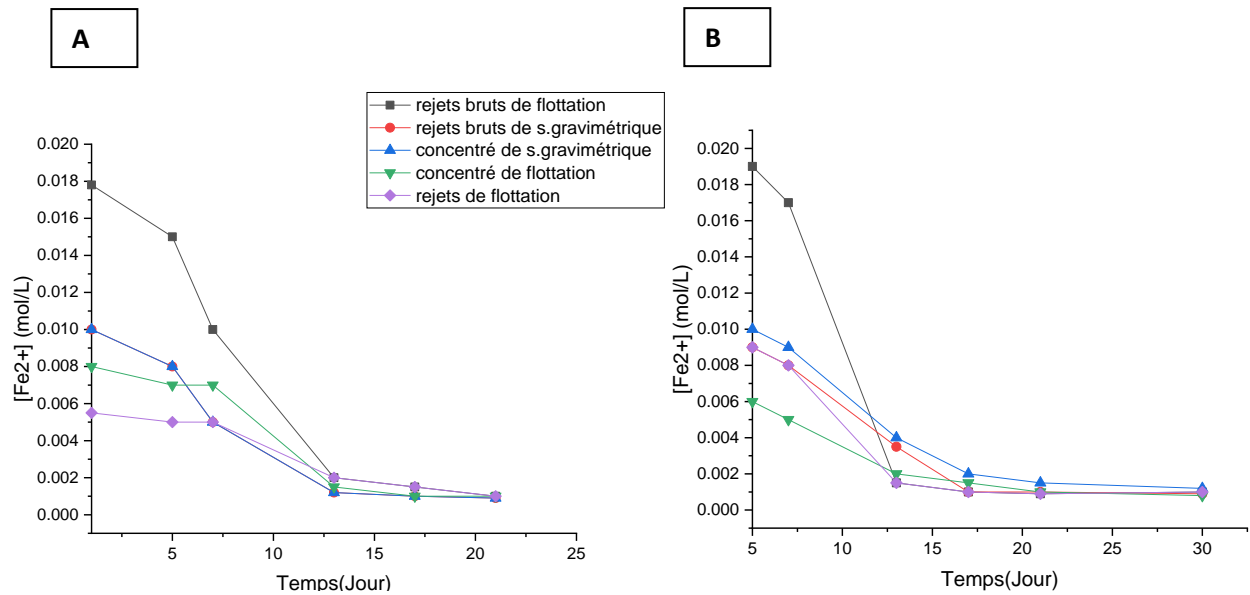


Figure 92: Evolution de la concentration du fer ferreux en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).

Tableau32:Evolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique sans agitation.

Jour	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de s.gravimétrique	Concentré de s.gravimétrique	Concentré de flottation	Rejets de flottation
	Teneur de l'oxygène dissous dans le milieu (mg/l)				
1	3.62	5.87	2.44	0.1	0.29
5	4.07	6.86	5.6	0.19	3.44
7	3.12	5.82	7.36	7.09	5.86
13	7.19	7.34	7.13	5.87	7.46
17	7.71	7.72	7.6	7.5	7.71
21	7.75	7.78	7.51	7.61	7.7

Tableau33:Evolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique avec agitation.

Jour	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de s.gravimétrique	Concentré de s.gravimétrique	Concentré de flottation	Rejets de flottation
	Teneur de l'oxygène dissous dans le milieu (mg/l)				
5	6.3	7.77	7.8	4.2	5.45
7	6.36	7.81	7.86	4.55	5.57
13	6.87	6.83	6.9	7.08	7.3
17	7.31	7.29	7.27	7.39	7.36
21	7.5	7.58	7.61	7.55	7.61
30	7.6	7.67	7.75	7.65	7.79

Interprétation des résultats :

- pH

La figure 7 illustre l'évolution du pH en fonction du temps durant les semaines d'expérimentation avec le milieu 9K sans sulfates de fer en deux modes cinétique (sans et avec agitation). Nous constatons une diminution du pH pour les rejets bruts de flottation et de séparation gravimétrique tout au long de la biolixiviation et cela, pour les deux modes ; d'un autre côté les rejets de flottation et le concentré de séparation gravimétrique présentent des fluctuations accompagnées majoritairement d'une baisse du pH pour le mode cinétique avec agitation. En mode cinétique sans agitation, les valeurs du pH passent de 4 à 2,53 pour les rejets bruts de séparation gravimétrique et 2,77 pour les rejets bruts de flottation. Pour les essais cinétiques, le pH des lixiviats des quatre échantillons diminue considérablement pour atteindre des valeurs voisines de 2.56, 2.28, 3.26 et 3.75 respectivement pour les rejets bruts de flottation, rejets bruts de séparation gravimétrique, concentré de séparation gravimétrique et rejets de flottation.

L'augmentation du pH est due essentiellement à la dissolution de quelques minéraux de gangue présents dans les échantillons, principalement les minéraux silicatés, qui se caractérisent par la consommation d'acide.

Or, la diminution du pH est liée à la phase exponentielle de croissance durant laquelle les bactéries oxydent le fer ferreux, cette réaction provoque indirectement, la production de l'acide sulfurique qui augmente l'acidité du milieu.

Le concentré de flottation quant à lui, a subi une augmentation jusqu'à atteindre un maximum de 6,15. Cette croissance parvient en premier lieu en mode cinétique avec agitation pour le même type d'échantillon puis diminue légèrement avec une vitesse relativement faible, nous enregistrons un pH de 5.85 au trentième jour. Dans ce cas, la granulométrie très fine du concentré (<100µm) et la porosité également faible du mélange concentré-silice sont sans doute les causes directes de la faible activité microbienne observée (Bradham et Caruccio, 1991 ; Brassard,1993) ; rajoutant le rôle neutralisant des silicates (minéraux acidivores) contenus dans le concentré, ce qui fait augmenter le pH du milieu.

- Potentiel d'oxydoréduction :

La figure 8 développe la variation du potentiel d'oxydoréduction en fonction du temps pour les deux modes cinétiques avec et sans agitation de la biolixiviation pour le milieu 9K sans sulfates de fer.

Le mode cinétique sans agitation présente une baisse des valeurs de Eh durant les 5 premiers jours pour les rejets bruts et les concentrés de flottation/séparation gravimétrique, puis une croissance au cours du temps avec une vitesse relativement moyenne, nous enregistrons vers la fin de la biolixiviation (vingt-et-unième jour) des extremum de 554.2mV, 567.5mV respectivement pour les rejets bruts de flottation et de séparation gravimétrique, 410.7mV pour le concentré de séparation gravimétrique et 366.8mV pour le concentré de flottation.

La courbe des rejets de flottation de son côté présente une phase d'augmentation de Eh au cours des cinq premiers jours, ensuite une diminution vers la fin de l'essai de biolixiviation, on enregistre une valeur minimale de 433.8mV au 21^{ème} jour.

Les essais en mode cinétique avec agitation révèlent une chute des valeurs du potentiel redox au cours des premiers jours pour les deux types de concentrés (flottation et séparation gravimétrique), puis une augmentation avec une vitesse moyenne tout au long de la biolixiviation. Au trentième jour de l'essai, nous enregistrons une valeur maximale de 527.5mV pour le concentré de séparation gravimétrique et 378.3mV pour le concentré de flottation.

La courbe des rejets de flottation est quasi-stationnaire tout au long du processus de biolixiviation et enregistre à la fin de l'expérimentation une valeur de 496.6mV.

Pour les rejets bruts, les valeurs du Eh augmentent jusqu'à atteindre 565.9mV pour les rejets bruts de flottation et 582.2mV pour les rejets bruts de séparation gravimétrique à la fin de la biolixiviation.

L'évolution du potentiel d'oxydoréduction se coïncide avec l'évolution du pH ; qui est, comme mentionné précédemment, due à l'activité bactérienne qui influence fortement la cinétique de production d'acide (et donc la diminution du pH) et de production d'ions ferriques (augmentation du potentiel d'oxydoréduction) en solution au cours de la biolixiviation.

- Densité optique :

L'examen des résultats obtenus indique que la population bactérienne évoluerait en trois phases qui correspondraient aux phases de croissance d'une population bactérienne.

Première phase

La concentration de bactéries reste presque constante, approximativement 0.4×10^8 bactéries/ml au cours des sept premiers jours pour les essais cinétiques sans agitation, période qui correspondrait à la phase de latence.

Pour les essais cinétiques avec agitation, la phase de latence dure 13 jours où le nombre de bactéries reste autour de 8×10^8 bactéries/ml pour le concentré de flottation et 2×10^8 bactéries/ml pour le reste des échantillons.

Deuxième phase

Au cours de cette phase allant du septième au dix-septième jour pour les essais cinétiques sans agitation et du treizième au vingt-et-unième jour pour les essais cinétiques avec agitation, nous observons que la croissance des bactéries s'accélère fortement. Cette situation signifie que les sites d'adsorption des bactéries disponibles sur la surface du minéral seraient totalement occupés. Durant cette phase, les bactéries atteignent un nombre maximum qui avoisinerait 20×10^8 bactéries/ml.

Troisième phase

A partir du dix-septième jour pour le mode sans agitation et du vingt-et-unième jour pour le mode avec agitation, le nombre de bactéries reste presque constant. Les bactéries qui se multiplient compensent celles qui meurent.

Nous constatons que les rejets bruts de flottation et de séparation gravimétrique présentent un nombre très élevé de bactéries au cours du processus de biolixiviation, comparé aux autres échantillons. Par conséquent, les rejets bruts fournissent des conditions propices à l'évolution bactérienne.

- Concentration du fer ferreux :

La figure 10 montre la variation de la concentration du fer ferreux en fonction du temps au cours de la biolixiviation au sein du milieu 9K sans sulfates de fer en mode cinétique avec et sans agitation.

L'évolution du fer ferreux présente des similitudes pour les deux modes. Les courbes montrent une diminution de la concentration du Fe^{2+} au sein du milieu de culture tout au long de l'essai. Au début de la biolixiviation, pour le mode cinétique sans agitation, nous enregistrons 0.017 mol/L pour les rejets bruts de flottation, 0.01 mol/L pour les rejets bruts de séparation gravimétrique et le concentré du même type de traitement, 0.008 mol/L pour le concentré de flottation et 0.005 mol/L pour les rejets de flottation. Vers la fin de l'essai, les valeurs pour tous les échantillons convergent vers une valeur minimale de (0.001 mol/L). Quant au mode cinétique avec agitation, la concentration du fer ferreux est passée à un minimum de 0,001 mol /L, ayant initialement une concentration de 0.019 mol/L pour les rejets bruts de flottation ; 0.009 mol/L pour les deux types d'échantillon (rejets bruts de séparation gravimétrique et rejets de flottation) et 0.006 mol/L pour

le concentré de flottation. Le concentré de séparation gravimétrique quant à lui, passe d'une valeur de 0.01mol/L à 0.0012mol/L à la fin de l'incubation.

L'épuisement du fer ferreux dans le milieu de culture est traduit par l'utilisation de ce composé par les bactéries pour assurer leur croissance. En effet les bactéries oxydent le fer ferreux en fer ferrique dans un milieu acide (ce qui correspond au faible pH et à l'augmentation de Eh).

- Oxygène dissous :

Les tableaux 4 et 5 révèlent la variation de l'oxygène dissous au cours de la biolixiviation en fonction du temps en mode cinétique avec et sans agitation pour le milieu 9K sans sulfates de fer.

La disponibilité de l'oxygène dans le milieu est essentielle pour l'activité bactérienne, en effet l'*Acidithiobacillus Ferroxidans* est une bactérie aérobie, qui a besoin de l'oxygène pour sa productivité et croissance, de ce fait la présence de l'oxygène dissous dans le milieu est un signe de croissance bactérienne et d'oxydation de la matière organique qui concorde avec l'augmentation de la densité optique et la diminution du fer ferreux simultanément.

Au début de l'essai cinétique sans agitation, les valeurs de concentration de l'oxygène dissous varient entre 3mg/L pour les rejets bruts et les rejets de flottation, 5mg/l et 4mg/L respectivement pour les rejets bruts et le concentré de séparation gravimétrique et 0.2mg/l pour le concentré de flottation ; nous constatons que vers la fin de la biolixiviation toutes les valeurs convergent vers une concentration supérieure à 7mg/l. Concernant les essais cinétiques avec agitation, nous remarquons que la concentration d'oxygène dissous dans le milieu augmente au cours du temps pour atteindre une valeur maximale de presque 8mg/L pour tous les échantillons vers la fin de l'essai.

Cependant il est essentiel de noter que les variations de tous les paramètres mesurés en milieu 9K sans sulfates de fer, ne diffèrent pas beaucoup entre les deux modes et que seuls les rejets bruts ont donné des résultats satisfaisants pour la croissance des bactéries acidophiles.

5.2.2 Milieu 9K avec sulfates de fer :

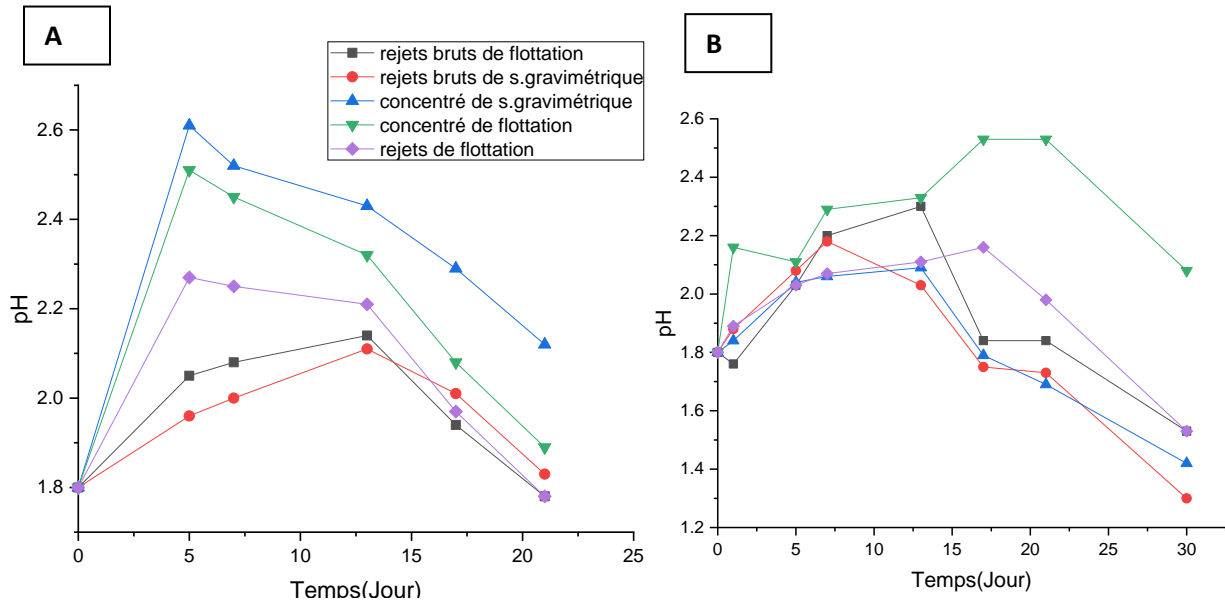


Figure 93: Evolution de la valeur du pH en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).

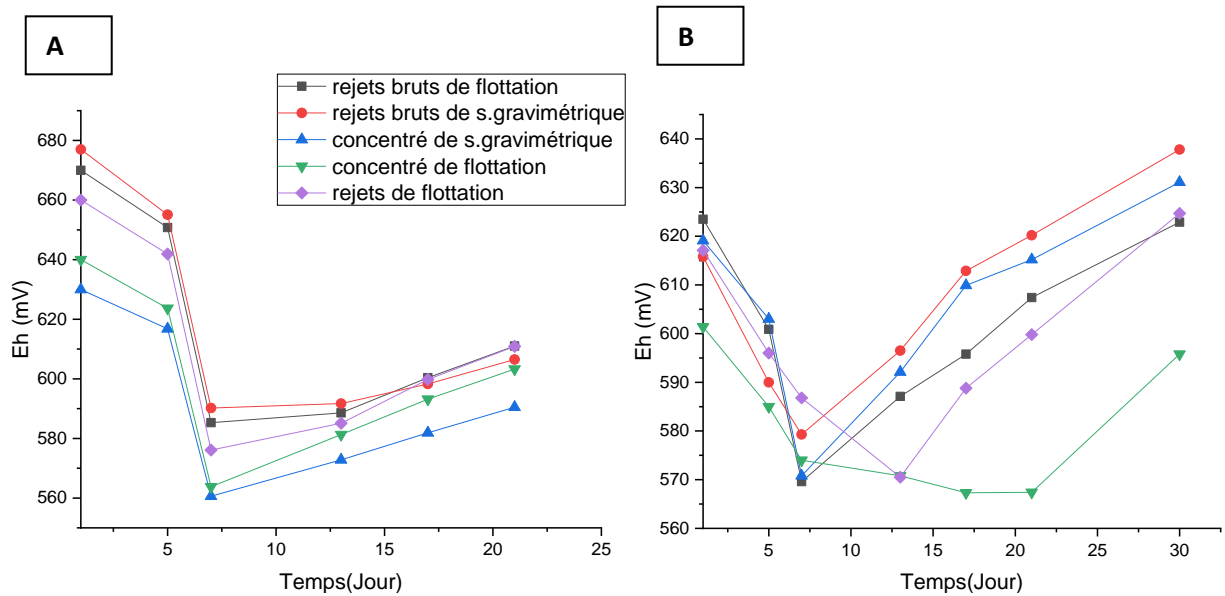


Figure 94: Evolution de la valeur du potentiel d'oxydoréduction en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).

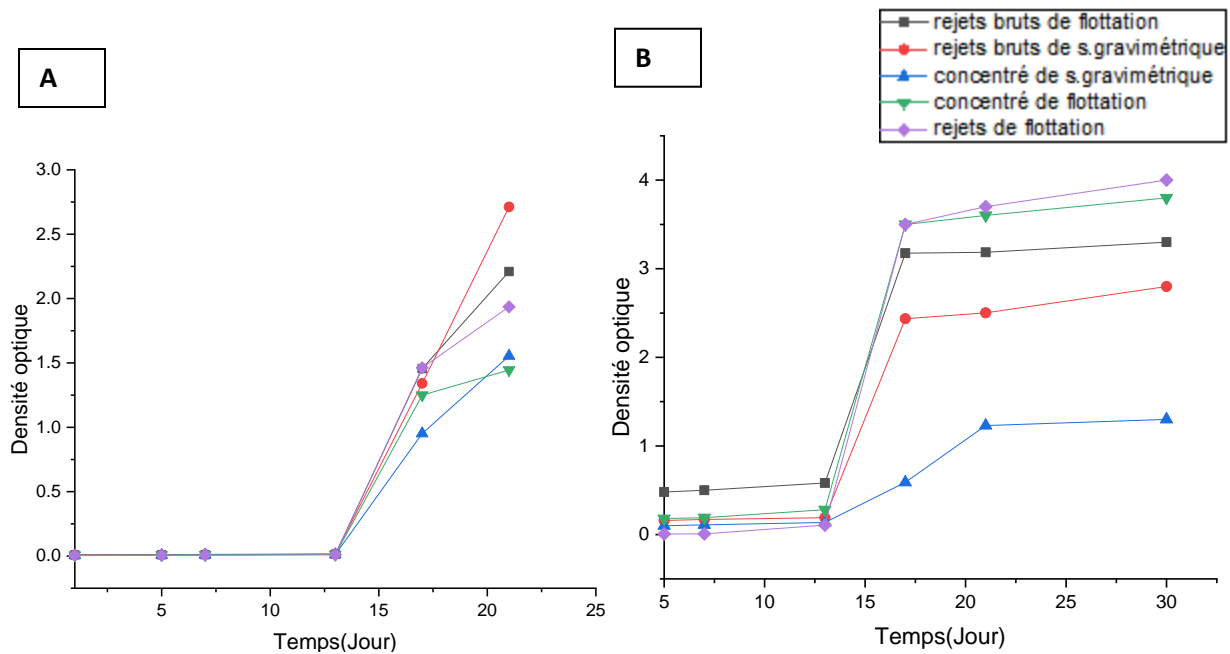


Figure 95: croissance bactérienne en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).

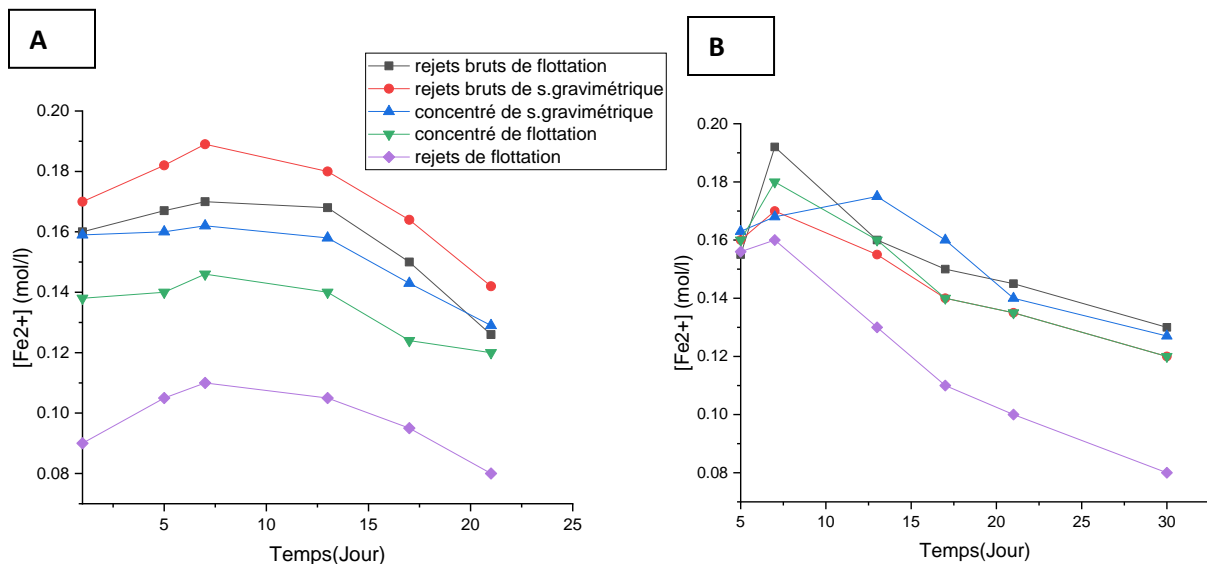


Figure 96: Evolution de la concentration du fer ferreux en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique (A : sans agitation ; B : avec agitation).

Tableau34:Evolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique sans agitation.

Jour	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de s.gravimétrique	Concentré de s.gravimétrique	Concentré de flottation	Rejets de flottation
	Teneur de l'oxygène dissous dans le milieu (mg/l)				
1	2.5	2.74	7.4	4.3	6.19
5	2.73	2.81	7.58	4.57	6.22
7	3.01	5.23	7.35	5.38	6.68
13	1.91	2.34	3.99	1.55	2.5
17	2.26	4.16	5.39	1.03	4.35
21	3.45	5.54	5.97	3.33	5.32

Tableau35:Evolution de l'oxygène dissous en fonction du temps pour la biolixiviation en mode cinétique avec agitation.

Jour	Rejets bruts de flottation	Rejets bruts de s.gravimétrique	Concentré de s.gravimétrique	Concentré de flottation	Rejets de flottation
	Teneur de l'oxygène dissous dans le milieu (mg/l)				
5	6.76	7.11	7.15	6.94	6.88
7	6.74	7.74	7.53	5.83	7.26
13	1.62	5.09	5.4	3.23	6.09
17	5.16	6.63	5.04	1.05	0.93
21	5.34	4.81	6.02	3.69	1.07
30	5.96	6.21	6.27	3.77	3.53

Interprétation des résultats :

- pH :

La figure 12 illustre l'évolution du potentiel d'hydrogène en fonction du temps au cours de la biolixiviation, pour le milieu 9K avec sulfates de fer. Quel que soit le mode, nous distinguons deux phases à savoir : une phase d'augmentation et une phase de diminution du pH.

Il ressort de cette figure que, pour les deux modes (avec et sans agitation), le pH de la solution augmente au cours des deux premiers jours, puis reste constant jusqu'au septième jour et diminue ensuite au cours du temps.

La phase d'augmentation dure treize jours pour les rejets bruts, pendant laquelle nous enregistrons un maximum de 2.14 pour les rejets bruts de flottation et 2.11 pour les rejets bruts de séparation gravimétrique. Quant aux rejets de flottation, les valeurs atteignent 2.27 durant les 5 premiers jours.

Pour la phase de diminution du pH, Le pH diminue à vitesse moyenne jusqu'à atteindre des valeurs minimales à la fin de la biolixiviation, nous obtenons un pH de 1.78 pour les rejets bruts de flottation 1.83 pour les rejets bruts de séparation gravimétrique ;1.89 pour le concentré de flottation et 2.12 pour le concentré de séparation gravimétrique.

Concernant les essais cinétiques avec agitation, nous observons une augmentation du pH durant les treize premiers jours, pour les rejets bruts de flottation, de séparation gravimétrique et le concentré de séparation gravimétrique ; atteignant des pics de pH de 2.3, 2.03 et 2.09 respectivement.

Le concentré de flottation enregistre un maximum de 2.53 au dix-septième jour, de leur part les rejets de flottation enregistrent un pic de 2.16 à la même période. Cette augmentation est suivie d'une diminution progressive de la valeur du pH. À la fin de l'essai, on enregistre des minimums de 1.53 pour les rejets bruts de flottation ainsi les rejets du même type de traitement, 1.3 pour les rejets bruts de séparation gravimétrique, 1.42 pour le concentré de séparation gravimétrique et finalement une valeur de 2.08 pour le concentré de flottation.

L'augmentation du pH est essentiellement due à la dissolution des minéraux silicatés de la gangue qui neutralisent l'acidité, tandis que la diminution du pH est un signe de production d'acide sulfurique dans le milieu, suite à l'activité bactérienne et l'oxydation du fer ferreux.

- Potentiel d'oxydoréduction :

La figure 13 nous renseigne sur l'évolution du potentiel d'oxydoréduction en fonction du temps au cours de la biolixiviation pour le milieu 9K avec sulfates de fer. Les courbes présentent deux différentes parties quel que soit le type d'essais.

Après une légère diminution du potentiel d'oxydoréduction au cours des sept premiers jours due probablement à l'oxydation chimique du minéral par les ions ferriques présents dans l'inoculum de départ, il s'en suit une augmentation du potentiel qui correspondrait à une phase exponentielle des bactéries.

En mode cinétique sans agitation, au bout des sept premiers jours le potentiel redox Eh baisse avec une vitesse constante, atteignant des valeurs minimales qui varient entre 560mV et 590mV pour tous les échantillons. Cette diminution est suivie d'une augmentation de la valeur du Eh tout au long de la période de labiolixiviation. Au bout du 21^{em} jour, nous enregistrons 606.5mV pour les rejets bruts de séparation gravimétrique, 590.5mV pour le concentré de séparation gravimétrique ; 603.3mV pour le concentré de flottation et 610.9mV pour les rejets de flottation et enfin 611mV pour les rejets bruts du même type de traitement.

Lorsqu'on observe l'évolution du potentiel d'oxydoréduction de la solution dans le cas de l'essai effectué dans les conditions cinétiques avec agitation, nous constatons que le potentiel au 30^{em} jour indique une valeur de 622.9mV pour les rejets bruts de flottation, 637.8mV pour les rejets bruts de séparation gravimétrique, 631.1mV pour le concentré de séparation gravimétrique, 595.8mV pour le concentré de flottation et 624.7mV pour les rejets de flottation.

Il a été noté que la variation du potentiel d'oxydoréduction est étroitement liée à la variation du potentiel d'hydrogène. De sorte que, l'augmentation du pH s'accompagne par une diminution du Eh.

- Densité optique :

La figure 14 nous renseigne sur la croissance bactérienne au cours de la biolixiviation au sein du milieu 9K avec sulfates de fer, avec et sans agitation.

L'allure des courbes pour les deux modes correspond aux phases de croissance bactérienne.

La phase de latence a duré 13 jours pour les deux modes cinétiques, les valeurs enregistrées de la densité optique restent stables autour de 0.01 pour le mode cinétique sans agitation et 0.3 pour le mode cinétique avec agitation.

Au 13^{em} jour, la densité optique de tous les échantillons augmente considérablement pour atteindre des valeurs voisines de 2.21 (en mode cinétique sans agitation) et 3.3 (en mode cinétique avec agitation) pour les rejets bruts de flottation, 2.71 (en mode cinétique sans agitation) et 2,8 (en mode cinétique avec agitation) pour les rejets bruts de séparation gravimétrique, 1.55 (en mode cinétique sans agitation) et 1.3 (en mode cinétique avec agitation) pour le concentré de séparation gravimétrique, 1.44 (en mode cinétique sans agitation) et 3.8 (en mode cinétique avec agitation) pour le concentré de flottation et enfin 1.93 (en mode cinétique sans agitation) et 4 (en mode cinétique avec agitation) pour les rejets de flottation. Cette augmentation avec le temps est justifiée par des valeurs de pH qui ne cessent de diminuer pour chacun des échantillons.

Les résultats obtenus représentent la croissance bactérienne, tel que l'augmentation correspond à la phase de croissance exponentielle et la stabilité au début, peut-être expliquée par l'adaptation de la bactérie au milieu de culture (phase de latence). Il est à noter que les essais en mode cinétique avec agitation ont donné de grandes valeurs de densité optique comparées à celles en mode cinétique sans agitation, de ce fait, le facteur agitation est à prendre en considération.

- Concentration du fer ferreux :

La figure 15 illustre la variation de la concentration du fer ferreux en fonction du temps pour la biolixiviation au sein du milieu 9K avec sulfates de fer avec et sans agitation.

L'allure de la courbe présente deux phases (augmentation et diminution) quel que soit le mode d'essai.

Pour le mode cinétique sans agitation, nous observons une phase d'augmentation au bout des sept premiers jours durant laquelle les valeurs augmentent légèrement atteignant des maximums de 0.17mol/l et 0.18mol/l respectivement pour les rejets bruts de flottation et de séparation gravimétrique, 0.16mol/l pour le concentré de séparation gravimétrique, 0.14mol/l pour le concentré de flottation et 0.11mol/l pour les rejets du même type de traitement. Cette phase est succédée d'une diminution des concentrations en fer ferreux tout au long de l'essai jusqu'à atteindre des valeurs minimales au vingt-et-unième jour : 0.12mol/l pour le concentré de flottation, autour de 0.13mol/l pour les rejets bruts de flottation et le concentré de séparation gravimétrique, 0.14mo/l pour les rejets bruts de séparation gravimétrique et 0.08mol/l pour les rejets de flottation.

Quant au mode cinétique avec agitation, on distingue une augmentation des valeurs durant les sept premiers jours atteignant des extremums de 0.19mol/l et 0.17mol/l respectivement pour les rejets bruts de flottation et de séparation gravimétrique, 0.18mol/l pour le concentré de flottation et 0.16mol/l pour les rejets du même type de traitement. Le concentré de séparation gravimétrique se

singularise par une phase d'augmentation qui dure treize jours atteignant un maximum de 0.17mol/l, par la suite, les valeurs baissent graduellement durant la biolixiviation. Les rejets de flottation enregistrent une valeur minimale de 0.08mol/l, tandis que les autres échantillons convergent tous vers un minimum de 0.12mol/l.

La diminution de la concentration du fer ferreux dans le milieu de culture est liée à l'activité bactérienne, car les bactéries veillent à oxyder le fer ferreux en fer ferrique tout en assurant leur croissance, cette activité s'accompagne d'une génération d'acide sulfurique, ce qui explique la baisse du pH du milieu et l'augmentation du Eh. Le milieu de culture avec sulfates de fer quant à lui procure plus d'ions Fe^{2+} au milieu qui fait augmenter sa teneur.

- Oxygène dissous :

Les tableaux 6 et 7 montrent la variation de l'oxygène dissous au cours de la biolixiviation en fonction du temps en mode cinétique avec et sans agitation pour le milieu 9K sans sulfates de fer.

Les variations de l'oxygène dissous dans le milieu est un indice de l'activité bactérienne et d'oxydation de la matière organique, car l'oxygène est un élément indispensable pour la croissance des bactéries aérobie tel que l'*Acidithiobacillus Ferroxidans*. Tant que l'oxygène dissous est présent en grandes concentrations, la quantité du fer ferreux diminue suite à son oxydation par le biais des bactéries qui se développent. Par conséquent, la densité optique du milieu augmente.

Les valeurs sont presque similaires pour les deux modes, nous constatons des valeurs autour de 5mg/l pour les rejets bruts et le concentré de séparation gravimétrique, 4mg/l et 6mg/l respectivement pour le concentré et les rejets de flottation. Quant aux rejets bruts de flottation, la concentration de l'oxygène dissous est autour de 3.45mg/l pour le mode cinétique sans agitation et atteint 5mg/l pour le mode cinétique avec agitation.

Il ressort des variations de ces différents paramètres mesurés au sein du milieu 9K avec sulfates de fer, la présence d'une différence entre les deux modes de biolixiviation. Nous remarquons que Le mode cinétique avec agitation a donné des résultats satisfaisants.

5.2.3 Comparaison entre les milieux :

Les essais biocinétiques en Erlenmeyer permettent d'évaluer, dans un temps relativement court et à faible coût, la propriété d'un matériau sulfuré à être oxydé et lixivié. Ces expérimentations consistent à approximer les niveaux de solubilisation des métaux et des autres éléments qui sont susceptibles d'être atteints à long terme dans l'environnement.

D'après les résultats obtenus, nous constatons que le milieu 9K avec sulfates de fer a donné des concentrations plus grandes en fer ferreux avec un milieu plus acide comparé au milieu 9K sans sulfates de fer qui a pu donner des résultats satisfaisants en mode cinétique avec agitation. Pour cette raison, il serait plus raisonnable d'opter pour l'utilisation de réacteur en mode cinétique avec agitation.

Les rejets bruts avec un pouvoir acidogène très grand ont permis de fournir les conditions propices pour le développement des bactéries acidophiles de type *A. Ferroxidans*, ce qui les rend générateurs d'acidité. Il est à noter aussi que le retraitement des rejets pourrait minimiser les

valeurs d'acidité et donc s'avère une première solution au problème environnemental de Sidi Kamber.

5.3 Résultats de l'analyse chimique par spectroscopie d'absorption atomique (SAA)

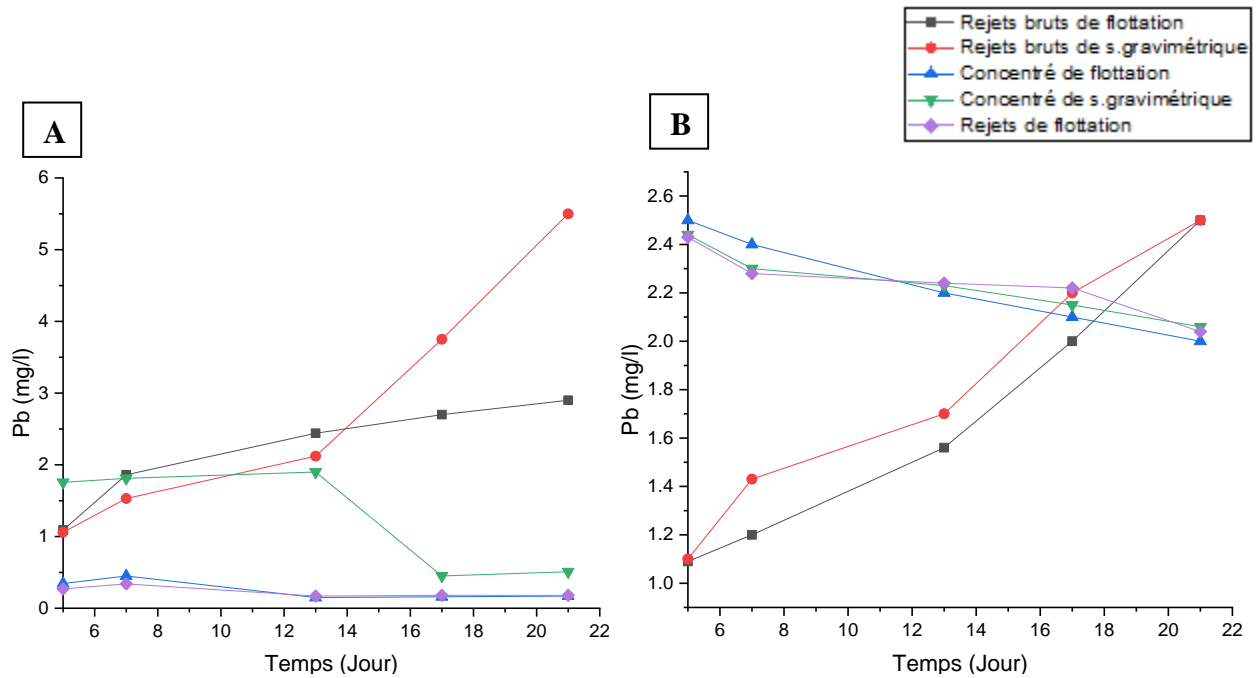


Figure 97: Solubilisation du plomb dans les échantillons des essais cinétiques avec agitation dans le milieu 9K (A : Sans sulfates de fer ; B : Avec sulfates de fer).

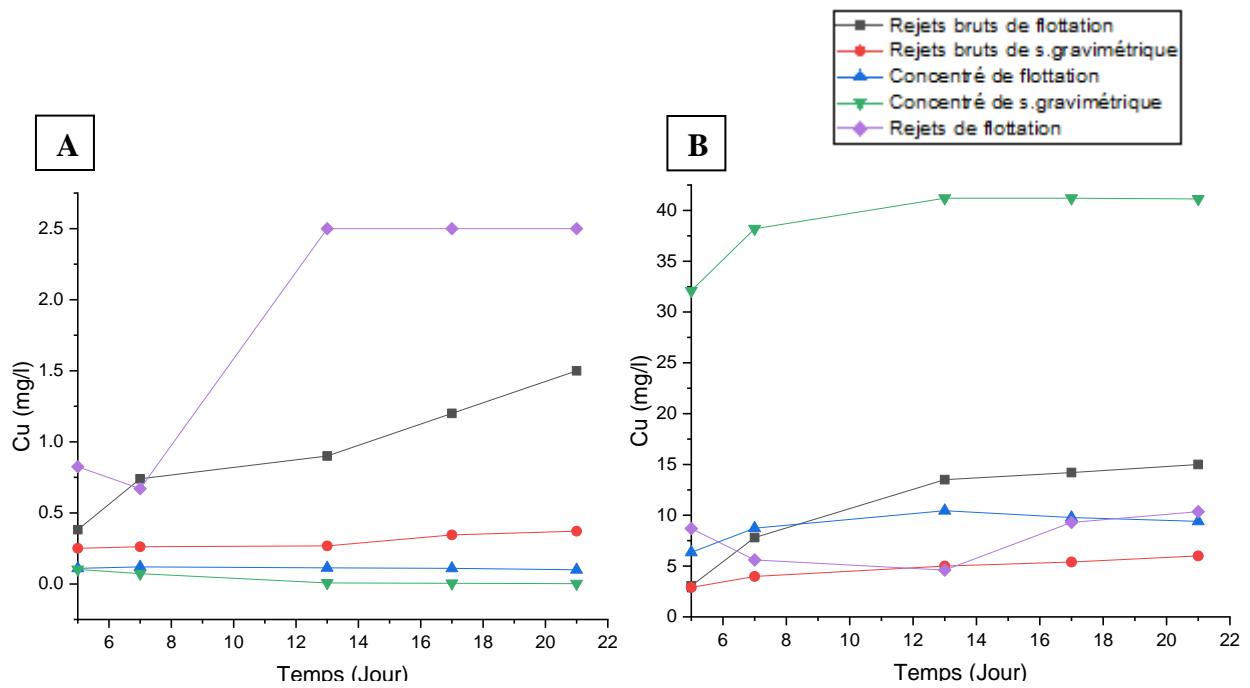


Figure 98: Solubilisation du cuivre dans les échantillons des essais cinétiques avec agitation dans le milieu 9K (A : sans sulfates de fer ; B : Avec sulfates de fer).

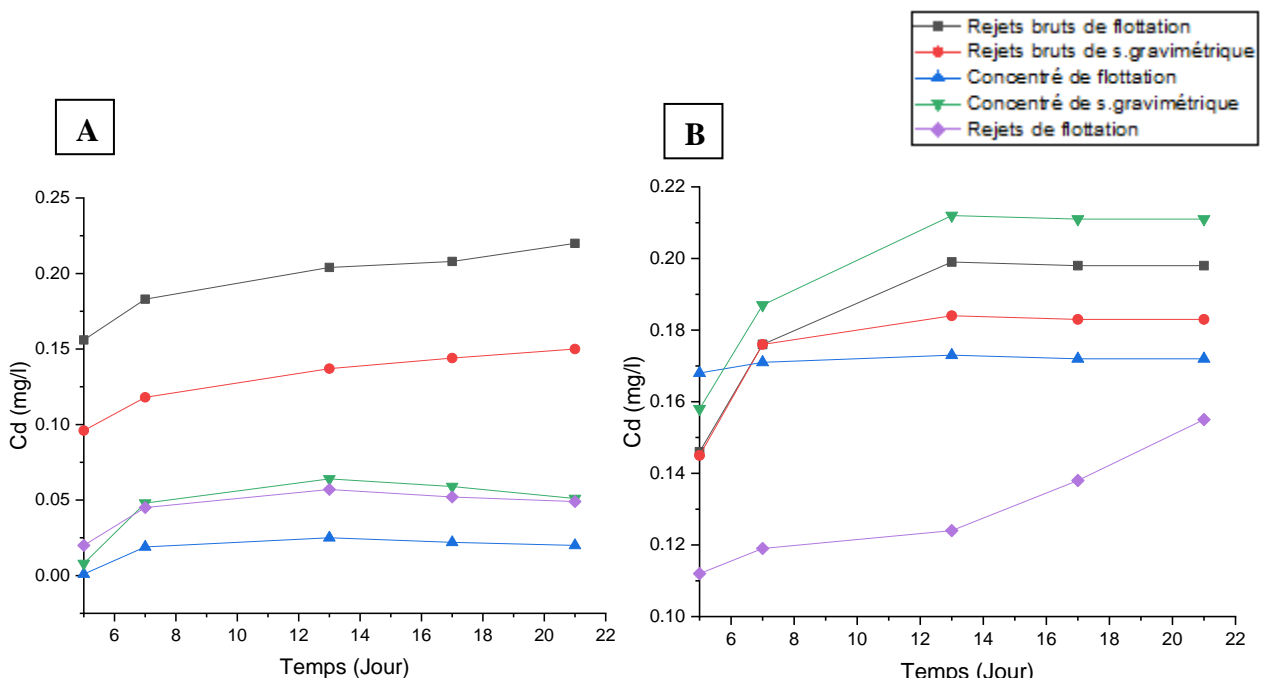


Figure 99: Solubilisation du cadmium dans les échantillons des essais cinétiques avec agitation dans le milieu 9K (A : sans sulfates de fer ; B : Avec sulfates de fer).

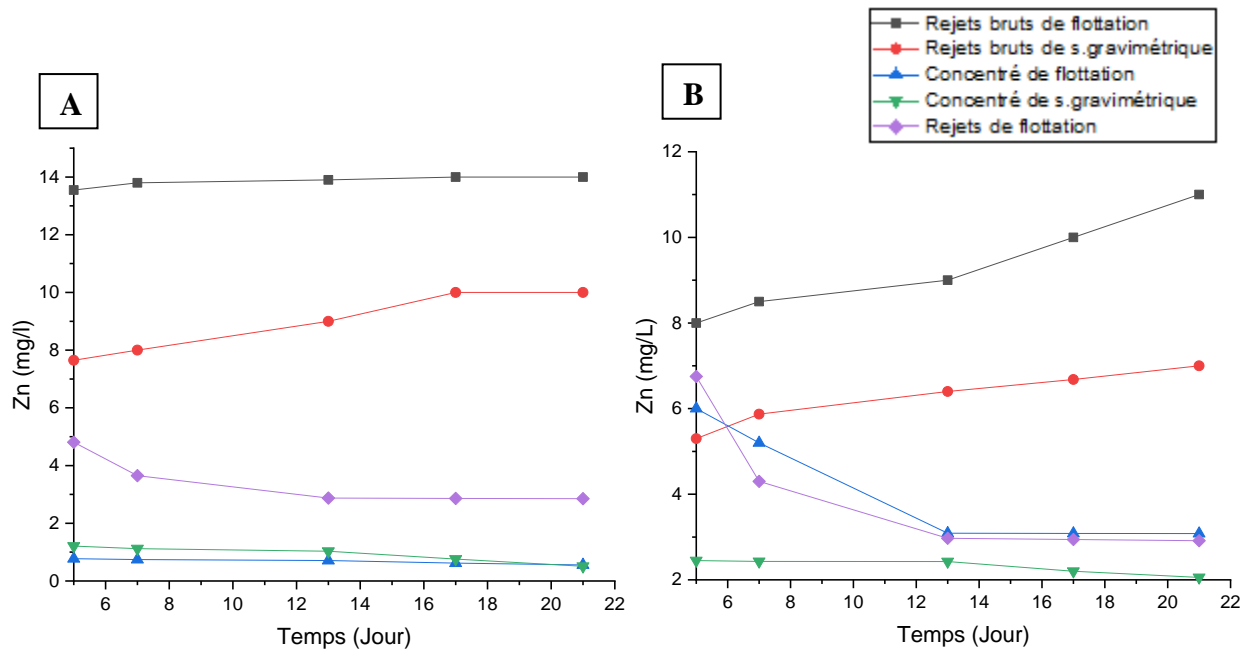


Figure 100: Solubilisation du zinc dans les échantillons des essais cinétiques avec agitation dans le milieu 9K (A : sans sulfates de fer ; B : Avec sulfates de fer).

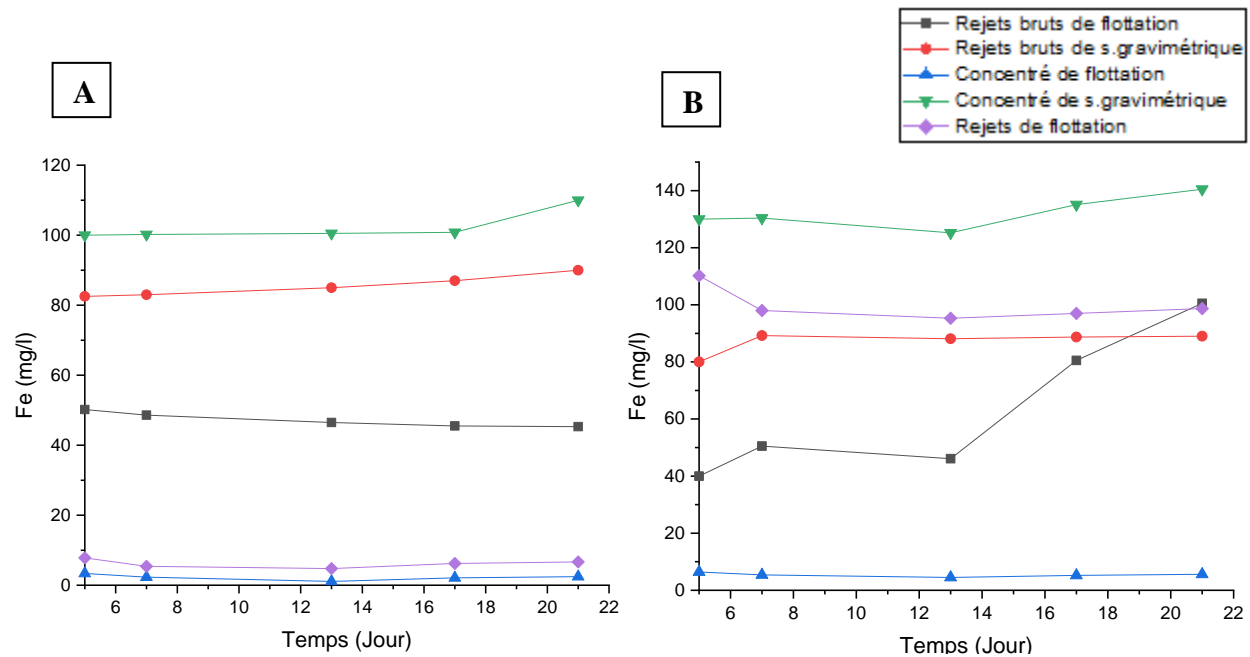


Figure 101: Solubilisation du fer dans les échantillons des essais cinétiques avec agitation dans le milieu 9K (A : sans sulfates de fer ; B : Avec sulfates de fer).

Interprétation :

- **Pb :**

D'après les résultats obtenus avec les essais en milieu 9K sans sulfate ferrique (Figure 1 (A)), nous constatons que les courbes de variation de la concentration du plomb dans les lixiviats contenant les rejets bruts et le concentré de séparation gravimétrique connaissent une tendance montante à partir d'une concentration initiale de 1.09mg/L pour les rejets bruts de flottation, 1.06mg/L pour les rejets bruts de séparation gravimétrique et 1.75mg/L pour le concentré de séparation gravimétrique ; et ceci avec des concentrations finales proches de 2.9mg/L et 5.5mg/L pour les rejets bruts de flottation et de séparation gravimétrique. Quant aux autres échantillons, ils n'ont pas pu solubiliser efficacement le plomb.

Concernant les essais en milieu 9K avec sulfate ferrique (Figure 1(B)), nous remarquons une augmentation des concentrations en plomb pour les échantillons de rejets bruts, avec des concentrations finales ne dépassant pas les 2.5mg/L, tandis que les essais avec les concentrés et les rejets de flottation quant à eux, enregistrent des valeurs très faibles qui varient entre 2 mg/L et 2.06mg/L.

- Le rendement de solubilisation du plomb le plus élevé est obtenu avec les rejets bruts de séparation gravimétrique au sein du milieu 9K sans sulfates de fer (5,5mg/L).

- **Cu :**

La figure 2 révèle la solubilisation du cuivre dans le milieu 9K (sans et avec sulfates de fer). Nous constatons que les deux milieux présentent des courbes croissantes à des vitesses variées.

Pour le milieu 9K sans sulfates, les concentrations de cuivre en solution passent de 0.82mg/L à 2.5mg/L pour les rejets de flottation. La concentration en solution s'élève respectivement à près de 1.5mg/L et de 0.37mg/L pour les rejets bruts de flottation et de gravimétrie.

Les échantillons contenant les concentrés indiquent des valeurs faibles, elles atteignent 0.1mg/L et 0.002mg/L respectivement pour le concentré de flottation et de séparation gravimétrique.

Concernant le milieu 9K avec sulfates de fer, le meilleur rendement est observé pour le concentré de séparation gravimétrique, le cuivre est alors solubilisé à des concentrations de 41.13mg/L. Pour les rejets bruts et les rejets de flottation, nous observons une hausse marquée des valeurs respectivement de 3,05mg/L à 15mg/L et de 8,7mg/L à 10.35mg/L.

- Le meilleur rendement du cuivre est obtenu pour le concentré de séparation gravimétrique au sein du milieu 9K avec sulfates de fer (41.13mg/L).

- **Cd :**

La figure 3 présente la solubilisation du cadmium dans le milieu 9K (sans et avec sulfates de fer).

Pour le milieu 9K sans sulfates, le cadmium est solubilisé à des concentrations respectives de 0.22mg/L et 0.15mg/L pour les rejets bruts de flottation et de séparation gravimétriques. Pour les autres échantillons, les concentrations en solution passent de 0.009mg/l à 0.04mg/L en moyenne.

Les résultats obtenus pour le milieu 9K avec sulfates de fer montrent que le concentré de séparation gravimétrique donne le meilleur taux de solubilisation du cadmium. La concentration augmente à 0.21mg/L après treize jours de lixiviation, ces valeurs commencent à se stabiliser à partir du dix-septième jour. Quant aux autres échantillons, l'évolution des valeurs d'extraction du cadmium présente la même allure que le concentré de séparation gravimétrique mais avec des valeurs significativement plus petites.

- Le meilleur rendement du cadmium est obtenu pour le concentré de séparation gravimétrique au sein du milieu 9K avec sulfates de fer (0.21mg/L).

- **Zn :**

La figure 4 représente la solubilisation du zinc dans le milieu 9K (sans et avec sulfates de fer).

Les lixiviats contenant les rejets bruts (de flottation et de séparation gravimétrique) connaissent une augmentation des valeurs de concentrations en zinc avec le temps et ce jusqu'à t=17 jours avec 14mg/L pour les rejets bruts de flottation et 10mg/L pour les rejets bruts de gravimétrie, les concentrations se stabilisent ensuite, sans connaître de grande variation et ce jusqu'à t=21 jours.

Nous avons noté une variation des valeurs de concentrations en zinc assez similaires entre les lixiviats contenant les concentrés et les rejets de flottation.

Concernant le milieu 9K avec sulfates de fer, la concentration en zinc augmente à des valeurs de 7mg/L et 11mg/L pour les rejets bruts de séparation gravimétrique et de flottation (respectivement).

- Le meilleur rendement du zinc est obtenu pour les rejets bruts de flottation au sein du milieu 9K sans sulfates de fer (14mg/L).

- **Fe :**

La figure 5 nous renseigne sur la solubilisation du fer dans le milieu 9K (sans et avec sulfates de fer).

Le suivi de la concentration en fer dans les lixiviats obtenus avec le milieu 9K sans sulfates ferrique montre que les courbes des rejets bruts et le concentré de séparation gravimétrique ont tendance à augmenter graduellement tout au long de la lixiviation bactérienne et enregistrent des valeurs

finale proches de 90mg/L pour les rejets bruts de séparation gravimétrique et 110mg/L pour le concentré du même type de traitement.

Les rejets bruts, concentré et rejets de flottation quant à eux connaissent une tendance descendante jusqu'à atteindre 45.3mg/L pour les rejets bruts de flottation, 2.45mg/L pour le concentré de flottation et 6.65mg/L pour le rejet de flottation.

Pour le milieu 9K avec sulfates de fer, la teneur du fer au sein du concentré de séparation gravimétrique passe de 130mg/L à 140,5 mg/L, qui est l'optimum des valeurs de la teneur du fer dans les échantillons. Pour les autres échantillons testés, l'évolution des valeurs de concentrations en fer présente la même allure que les rejets bruts mais avec des valeurs significativement plus faibles.

- Le meilleur rendement du fer est obtenu pour le concentré de séparation gravimétrique au sein du milieu 9K avec sulfates de fer (140,5mg/L).

Les résultats obtenus avec les essais en milieu 9K sans et avec sulfate ferrique, sont recensés ci-dessous :

Rejets bruts de flottation

Les résultats obtenus pour les rejets bruts de flottation témoignent que ce substrat capable de solubiliser presque tous les métaux (Zn, Pb, Cu, Fe et Cd).

Rejets bruts de séparation gravimétrique

Tous les pourcentages de solubilisation finale sont plus élevés pour les rejets de séparation gravimétrique et l'augmentation est particulièrement importante pour le Pb, Zn et Cd. Ce test confirme, encore une fois le potentiel acidogène élevé de ces rejets.

Concentré de séparation gravimétrique

Une mise en solution est remarquable des métaux Cu, Cd et Fe a également été mesurée lors de ce test.

Concentré de flottation

Les tests biocinétiques démontrent clairement une solubilisation élevée du cadmium et moyenne du cuivre.

Rejets de flottation

Généralement, les essais affirment que, comme cela était prévisible, le résidu de retraitement par flottation est apte à générer des effluents acides et chargés en métaux toxiques.

Il est à noter que les tests biocinétiques (soumis à une agitation) réalisés avec un milieu 9K contenant des sulfates ferriques solubilisent mieux le cuivre et cadmium.

Conclusion Générale

L'industrie minière, bien qu'elle contribue amplement au développement économique des pays, elle génère par toutes les activités qu'elle opère une grande quantité des rejets solides et liquides. Ces rejets miniers sous l'action de l'altération naturelle (eau et air) et l'activité bactérienne, produisent du drainage minier acide suite à l'oxydation des minéraux sulfurés présents dans ces résidus. Par conséquent, l'équilibre environnemental est rompu. Afin de remédier à ce problème, les chercheurs ne cessent de développer des méthodes innovantes pouvant contrôler et prédire la formation du DMA et qui sont à la fois écologiques, économiques et simulent bien l'état in situ ; les méthodes bio-cinétiques sont l'une des solutions qui ont vu le jour dans les années 90 mais restent le sujet principal de plusieurs études jusqu'à l'époque actuelle.

Le projet de recherche initié durant ce travail repose essentiellement sur l'emploi des méthodes bio-cinétiques pour la détermination du potentiel acidogène des rejets de la mine abandonnée de Sidi Kamber. L'idée principale de cette étude était d'améliorer une technique cinétique en réacteurs de lixiviation afin d'augmenter la rapidité et la fiabilité des résultats en découlant, de même que de statuer sur la stabilité des différents déchets miniers. Après une caractérisation physico-chimique, chimique et minéralogique des échantillons, des tests bio-cinétiques ont été réalisés au sein du laboratoire de Génie Minier de l'Ecole Nationale Polytechnique, et cela avec ajout de milieu nutritif à la solution lixiviante et inoculation de chacun des réacteurs (Erlenmeyers) afin de s'assurer du support bactérien.

De plus, pour la réduction de cet impact environnemental des résidus, nous avons réalisé des essais de flottation et de séparation gravimétrique par table à secousses afin de valoriser et de dépolluer les résidus des ETM mais aussi pour évaluer les éventuels risques environnementaux associés à la disposition dans l'environnement des rejets issus du recyclage (retraitement) des résidus miniers sulfureux.

Les résultats des essais de flottation ont révélé une teneur en fer de 61.20% et une récupération de presque 33.2%, une teneur en plomb de 7.23% et une récupération de l'ordre de 35.19% et enfin une récupération en zinc de 32.37%. Nous avons aussi proposé un schéma de flottation permettant d'un côté, la récupération des métaux et de l'autre côté la dépollution des résidus des ETM. Quant aux essais de séparation gravimétrique, ils ont donné un rendement pondéral moyen de 13.5 %.

Les essais statiques ont permis l'évaluation du potentiel de génération d'acide des rejets miniers de Sidi Kamber et nous ont permis d'en conclure que ces rejets bruts sont fortement générateurs d'acidité avec un pouvoir net de neutralisation équivalent à (-132.75Kg CaCO₃/t) pour les rejets bruts de séparation gravimétrique, ce qui est beaucoup plus nocif à l'environnement comparé à (-60,5625 Kg CaCO₃/t) pour les rejets bruts de flottation.

Après avoir isolé et acclimaté, en laboratoire du Génie Minier de l'Ecole Nationale Polytechnique, les bactéries acidophiles de types *Acidithiobacillus Ferrooxidans* à partir d'échantillons prélevés de la mine abandonnée de Sidi Kamber, deux types d'essais biocinétiques de prédiction du DMA ont été réalisés (avec et sans agitation) en utilisant deux milieux de culture différents (9K avec et sans sulfates de fer). Cinq types d'échantillons ont été étudiés, à savoir : les rejets bruts de flottation

et de séparation gravimétrique, le concentré de flottation et de séparation gravimétrique et les rejets de flottation. Le suivi des essais a été effectué par des mesures électrochimiques (pH, potentiel redox, densité optique, concentration du fer ferreux et la concentration de l'oxygène dissous dans le milieu), accompagné d'analyses chimiques par spectroscopie d'absorption atomique (SAA) afin d'évaluer le taux de solubilisation des métaux dans chaque type d'échantillons.

Les résultats ont montré que le milieu 9K avec sulfates de fer a donné des concentrations élevées en fer ferreux avec un milieu plus acide comparé au milieu 9K sans sulfates de fer où de bons résultats ont été obtenus en mode cinétique avec agitation. En conséquence, il serait préférable d'utiliser des réacteurs en mode cinétique avec agitation. Les rejets bruts avec un pouvoir acidogène très grand ont permis de fournir les conditions propices pour le développement des bactéries acidophiles de type *A. Ferroxidans*, ce qui les rend générateurs d'acidité.

L'analyse chimique des lixiviats par SAA a montré que les rejets bruts de flottation et de séparation gravimétrique sont capables de solubiliser presque tous les métaux (Zn, Pb, Cu, Fe et Cd). Les concentrés de flottation et de séparation gravimétrique ainsi que les rejets de flottation, quant à eux, ont indiqué une mise en solution importante des métaux Cu et Cd.

Cependant, il est important de noter que la méthode cinétique de prédiction s'avère efficace principalement avec l'ajout d'une culture bactérienne qui augmente ainsi la fiabilité et la rapidité de la méthode analytique.

Certaines recommandations peuvent être émises pour approfondir ce travail de recherche comme

- 1) L'utilisation d'autres espèces bactériennes acidophiles utilisées dans l'extraction de métaux ou pourquoi pas inoculation de chacun des réacteurs avec une culture bactérienne mixte.

- 2) La réalisation des tests de prédiction biocinétiques en colonnes de percolation, en cellules humides ou en mini-cellules d'altération afin de déterminer les cinétiques de réaction impliquées dans la production de drainage minier acide et d'établir les paramètres des modèles simulant les principales réactions chimiques et biochimiques pouvant se produire dans les rejets miniers.

- 3) Une désulfuration (par flottation ou séparation gravimétrique) avec un rendement supérieur à 90% serait nécessaire afin d'obtenir un potentiel net nul de production d'acide dans ces rejets.

Références bibliographie

- **Adam, K ; Kourtis, A ; Gazea, B. et al.** Evaluation of static tests used to predict the potential for acid drainage generation at sulfide mine sites [En ligne].1997. Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy, section A, mining industry, 106, A1-A8. [Consulté le 14 aout 2020].
- ADOUANI,I.**La spectroscopie atomique(SA)[En ligne]Algérie : Université Ferhat Abbas Sétif-1, département de pharmacie,2020,11p.[Consulté le 10 aout 2020].
- AKCIL, Ata ; KOLDAS, Soner.** Acid Mine Drainage (AMD) : causes, treatment and case studies [En ligne].2006, Vol 14, n°12-13, pp 1139-1145. [Consulté le 16 mars 2020].
- ARVOR Géothéchnique.**Ingénierie des sols et des fondations : Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux (NF P 94-068). [En ligne] Fiche MPL -FT-04. Indice A ,2011. [Consulté le 8mars 2020].
- AUBERTIN, Michel ; BUSSIERE, Bruno ; BERNIER, Louis.** Environnement et gestion des résidus miniers Een ligne]. 2002.Cédérom. Canada : Les Éditions de l'École Polytechnique de Montréal,2002[Consulté le 10 février 2020]. Format pdf.
- AUBOUIN, J ; GAUSSEN, H ; HARANT, H.**Méditerranéenne aire.Encyclopaedia Universalis. 2018.
- BENZA AZOUA, Mostafa; BUSSIERE, Bruno.DAGENAIS, A.M.** Comparison of kinetic tests for sulfide mine tailings [En ligne].2001. URSTM, Université du Québec, Canada [Consulté le 12 aout 2020].
- **BENZA AZOUA, Mostafa ; BUSSIERE, Bruno;DAGENAIS, A.M.et al.** Kinetic test comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential (En ligne].2004. Environnemental Geology, vol46, n°8, pp 1086-1101 [Consulté le 11 aout 2020].
- **BENZA AZOUA, Mostafa.** Innovation en environnement minier : entre gestion intégrée en amont et restauration en aval [En ligne].2010, pp.9-32[Consulté le 26 juillet 2020].
- **BERRYMAN, David ; ST-ONGE, Jacques ; GENDRON, Andrée, et al.** L'impact d'anciens parcs à résidus miniers sur la qualité de l'eau et les communautés benthiques de la rivière Massawippi et des ruisseaux Eustis et Capel [En ligne].2003, Québec, ministère de l'Environnement, Direction du suivi de l'état de l'environnement, envirodoq no ENV/2003/0043, 47 p. [Consulté le 05 février 2020].
- BLAKE, R.C; SASAKI, K; OHMURA, N.** Does aporusticyanin mediate the adhesion of Thiobacillus ferrooxidans to pyrite? [En ligne].2001. Hydrometallurgy.Vol 59, n°2/3, pp357–372[Consulté le 04 avril 2020].
- Blazy, Pierre ; JDID,El-Aid.**Flottation-Aspects pratiques [En ligne].Techniques de l'ingénieur, 2000[Consulté le 19 aout 2020].
- BOUZAHZAH, Hassen.** Modification et amélioration des tests statiques et cinétiques pour une prédiction fiable du drainage minier acide [En ligne]. Thèse de doctorat : Sciences de l'environnement. Canada : Université du QUÉBEC en ABITIBI-TÉMISCAMINGUE ,2013. [Consulté le12 aout 2020].

- BOUZAHZAH, Hassen; BENZAAZOUA, Mostafa; BUSSIER, Bruno.** Acid-generating potential calculation using mineralogical static test: modification of the Paktunc equation. [En ligne]. 2013. Article accepté pour présentation orale à la 23ème World Mining Congress, Montreal, Québec [Consulté le 12 aout 2020].
- **BOUZAHZAH, Hassen ; BENZAAZOUA, Mostafa ; BUSSIÈRE, Bruno. et al.** Revue de littérature détaillée sur les tests statiques et les essais cinétiques comme outils de prédiction du drainage minier acide [En ligne]. 2014, Déchets Sciences et Techniques - N°66 [Consulté le 11 aout 2020].
- BRADHAM W.S. et F.T. CARUCCIO.** A comparative study of tailings analysis using acid/base accounting, cells, columns and Soxhlet., Dans Comptes rendus. Deuxième conférence internationale sur la réduction des eaux de drainage acides. 1991. Conférence no 3.7, Montréal, Québec, 157-173.
- BRASSARD, Sylvie.** Évaluation du potentiel acidogène de divers rejets miniers par une méthode bio-cinétique. Mémoire : Sciences de l'eau. Québec : l'Institut National de la Recherche Scientifique (INRS-Eau), 1993 [Consulté le 01 février 2020].
- BRGM.** Bibliographie préliminaire à la gestion des DMA de Rosia Poieni (Roumanie). [En ligne]. Rap. BRGM RP50626-FR, 116p. 2000 [Consulté le 24 juillet 2020].
- **BUSSIÈRE, Bruno; Benzaazoua, Mostafa; Aubertin, M ; M. Mbonimpa.** A laboratory study of covers made of low-sulphide tailings to prevent acid mine drainage. *Env Geol* [En ligne]. 2004, Vol 45, pp 609–622. [Consulté le 22 juillet 2020].
- **BUSSIÈRE, Bruno,** Acid Mine Drainage from Abandoned Mine Sites: Problematic and Reclamation Approaches. In: CHEN, Yunmin, ZHAN, Liangtong, et al., Advances in Environmental Geotechnics [En ligne] HEIDELBERG, Springer Berlin. 2009, pp 111-125. [Consulté le 07 février 2020].
- CHARBONNEAU, Pascal.** Analyse des pratiques de valorisation des rejets. Mémoire: Environnement. Canada: Université de Sherbrook, 2014. [Consulté le 01 février 2020].
- Charchar, N; Bouchaala, L; Bouyahmed, H; Gherib, G; Lehout, A.** Effect of heavy metals on soil microbial quality of an abandoned mining area Sidi Kamber, North-East of Algeria. *Eurasian Journal of Soil Science* [En ligne]. 2020, Vol 9 N°3, pp 254-263. [Consulté le 23 septembre 2020].
- CHEVALIER, Pierre.** Technologies d'assainissement et prévention de la pollution [En ligne]. Télunq. Québec : Télé Université, 1996 [Consulté le 15 mars 2020].
- DUFRESNE, Karine.** Traitement de polissage de drainage minier acide par arais épurateur. Mémoire : Génie Minéral. Canada : Université de Montréal, 2015. [Consulté le 07 février 2020].
- EBERHART, Jean-pierre.** Analyse structurale et chimique des matériaux [En ligne]. Dunod, 1997 [Consulté 26 mai 2020]. Format PDF.
- EL HACHIMI, Moulay Laarabi; EL HANBALI, Mohamed; FEKHAOU, Mohamed, et al.** Impact d'un site minier abandonné sur l'environnement : cas de la mine de Zeïda (Haute Moulouya, Maroc) [En ligne]. 2016, n°27, pp. 93-100 [Consulté le 07 février 2020].
- **Encyclopédie ALCHETRON.** Free Social Encyclopedia for the World [Consulté le 12 Avril 2020].

- ETHIER,Marie-pier**.Evaluation du comportement géochimique en condition normale et froides de différents stériles présents sur le site de la mine Raglan[En ligne].Mémoire :Génie minéral.Canada :Polytechnique Montréal,2011[Consulté le 12 aout 2020].
- Forum des chefs d'entreprises**. Chefs d'entreprise (FCE) [En ligne]. [Consulté le 24 juillet 2020].
- **GUY NKULU, Wa ngoie**. Biolixiviation de la carrolite – Applications aux minerais sulfurés polymétalliques de l'Arc Cuprifère du Katanga en République Démocratique du Congo (RDC) (Cas des minerais de la mine de Kamoya/Kambove) [En ligne]. Thèse de doctorat :Schences de l'ingénieur.Bélgique :Université de Liège ,2012 [Consulté le 5avril 2020].
- HAMMACK, R. W; EDENBORN,H.M;DVORAK,D.H**.Treatment of water from an open-pit copper mine using biogenic sulfide and limestone: A feasibility study[en ligne].1994,vol 28, n°11,pp2321-2329.[Consulté le 12 aout 2020].
- ISSAAD,Mouloud ;BOUTALEB,Abdelhak ;KOLLI,Omar. et al.** Environmental characterazation of mine waste at the pb-zn Sidi Kamber abandoned mine (NE Algeria). [En ligne].2019. Rendiconti Lincei. Scienze Fisiche e Naturali.vol 30, n°2 ; pp 427-441[Consulté le 10 avril 2020].
- JOHNSON, D. Barrie, HALLBER, Kevin B**. Acid mine drainage remediation options: a review. Science of The Total Environment [En ligne].2005, vol 338, n°2, pp 3-14. [Consulté le 08 février 2020].
- KEFENI,Kebede.K ; MSAGATI,Titus A.M ; MAMBA ,Bhekie B**.Acid mine drainage: Prevention, treatment options, and resource recovery: A review[En ligne].2017,vol 151,pp 475-493.[Consulté le 1 Avril 2020].
- LARIBI, S ; COJEAN, R ; GRAMBIN-LAPEYRE, C 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. [En ligne]. Revue française de géothéchnique.2007, N° 120-121, pp. 83–90. [Consulté le 05 mars 2020].
- **LAWRENCE, R. W; WANG**.Determiration of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage. Mine Environment Neutral Drainage, Nat. Resour. Canada, Ottawa, ON. 1997.Vol. 1. pp.449-464.
- **LOUNATE, Khalifa**. Performance des matériaux alcalins pour prévenir la génération d'acidité et la mobilisation des métaux retenus par de nouveaux biofiltres (semi-)passifs sulfato-réducteurs utilisés pour le traitement du drainage minier acide [En ligne]. Thèse de doctorat : Science de l'eau. Québec : Université du Québec,2019[Consulté le 24 juillet 2020].
- MAHDJOUR,Y;CHOUKROUNE,P;KIENAST,JR**.Kinematics of a complex Alpine segment;superimposed tectonic and metamorphic events in the Petite Kabylie Massif (northern Algeria)[En ligne].Bulletin de la Société Géologique de France, 168, pp649-661[Consulté le 14 aout 2020].
- MAKHOUKH, Mohamed;SBAA, Mohamed;BERRAHOU, Ali, et al.** Contribution à l'étude de l'impact d'un site minier abandonné dans la haute Moulouya sur la qualité de l'Oued Moulouya, Maroc [En ligne].2011, Afrique SCIENCE, vol. 07, n°33, pp.33-48[Consulter le 07 février 2020].
- MELANSON, Monique**. Analyse d'un système de traitement passif pour le site de la mine Eustis [En ligne]. Mémoire : Environnement. Canada : Université de Sherbrooke ,2006[Consulté le 25 juillet 2020].

- MERCHICHI, Amira**. Etude géochimique et traitement des rejets de la digue provenant de la mine de Kherzet Youcef et Chaabet El Hamra. Mémoire de magister : Mine et environnement. Algérie : Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, 2013, 198p.
- MILLER, S.D; JEFFERY, J.J; WONG, J.W.C**. Use and misuse of the acid-base account for AMD prediction. 2ème Conférence Internationale sur la Réduction des Eaux de Drainage Acides, Montréal. 1991.
- **NFISSI, Samiha ; ZERHOUNI, Youssef ; ALIKOUSS, Saida, et al**. Valorisation of cement plant and thermal power plant waste for the protection of the [En ligne]. 2018, International Journal of Civil Engineering and Technology (IJCIET) Volume 10, Issue 10, pp. 100-10. [Consulté le 27 juillet 2020].
- **PELLETIER-ALLARD**. Rebecca. Caractérisation et neutralisation du drainage minier acide par une dolomie à haute pureté [En ligne]. Mémoire : Environnement. Canada : Université de Sherbrooke, 2014 [Consulté le 25 juillet 2020].
- PRICE, W.A**. Prediction Manual for Drainage Chemistry from Sulphidic Geologic Materials. [En ligne]. 2009. Rapport NEDEM 1.20.1. Canmet, Ottawa [Consulté le 14 août 2020].
- **RAWLINGS, D. E; TRIBUTSCH, H; HANSFOR, G.S**. Reasons why 'Leptospirillum'-like species rather than Thiobacillus ferrooxidans are the dominant iron-oxidizing bacteria in many commercial processes for the biooxidation of pyrite and related ores. [En ligne]. 1999. Microbiology, N°145, pp5-13 [Consulté le 02 avril 2020].
- **ROHWERDER, T; GEHRKE, T; KINZLER, K; Sand W**. Bioleaching review part A: Progress in bioleaching: fundamentals and mechanisms of bacterial metal sulfide oxidation [En ligne]. 2003. Applied Microbiology Biotechnology 63, pp239-248 [Consulté le 2 Avril 2020].
- ROUDIER, Pascal**. Techniques de réhabilitation des sites et sols pollués - Fiches de synthèse [En ligne]. Techniques de l'ingénieur, 2005 [Consulté le 16 août 2020].
- SCHARER, Jenö .M; NICHOLSON, Ronald .V ; JANZEN, Micheal.P**. Pyrrhotite reaction kinetics: reaction rates for oxidation by oxygen, ferric iron, and for nonoxidative dissolution [En ligne]. 2000, Vol 64, n°9, pp.1511-1522. [Consulté le 14 août 2020].
- **SCHIPPERS, A; SAND, W**. Bacterial leaching of metal sulfide proceeds by two indirect mechanisms via thiosulfate or via polysulfides and sulfur [En ligne]. 1999. Applied Environment Microbiology. Vol 65, n°1, pp 319-321 [Consulté le 4 avril 2020].
- Seklaoui, M ; Boutaleb, A ; Benali, H. et al**. Environmental assessment of mining industry solid pollution in the mercurial district of Azzaba, northeast Algeria. Environ Monit Assess [En ligne]. 2016, pp 188-621. [Consulté le 20 septembre 2020].
- Service Publique de l'Assainissement Francilien (SIAAP)**. Seine Aval, la refonte en marche [En ligne], 2012 [Consulté le 14 août 2020].
- SILVERMAN, M. P; LUNDGREN, D.G**. Studies on the chemoautotrophic iron bacterium Ferrobacillus ferrooxidans. I. An improved medium and a harvesting procedure for securing high cell yields. Journal of Bacteriology. [En ligne]. 1959. Vol 77, n°5, pp642-647 [Consulté le 07 mars 2020].

- **SIMATE, Geoffrey; SNDLOVU, Sehliselo.** Acid mine drainage: Challenges and opportunities. Journal of Environmental Chemical Engineering, vol 2, pp 9-19. [En ligne].2014. [Consulté le 10 février 2020].
- SOBEK, Andrew A; SCHULLER,William A ; FREEMAN,John R.et al.**Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils[en ligne].office of reaserch and development,Washington,DC20460,1978 [Consulté le 4 avril 2020].
- THIRION-MERLE,Valérie.**Spectrométrie de fluoescence X[en ligne.Circulation et provenance des matériaux dans les sociétés anciennes, Editions des archives contemporaines, 2014, Collection Sciences Archéologiques[Consulté le 2 juin 2020].
- VILLENEUVE, M.** Evaluation du comportement géochimique à long terme de rejets miniers à faible potentiel de génération d'acide à l'aide d'essais cinétiques. Mémoire de maîtrise : Génie minéral. Québec : Université de Montréal, 2004,288p.
- XU, S; YU, C; HIROSHIRO,Y.**Migration behavior of Fe,Cu,Zn,and Mo in alkaline tailings from Lanjiagou porphyry molybdenum deposits,Norttheast China,Memoirs of the Faculty of Engineering.Kyushu University [En ligne].2010. vol 70, n°2, pp 19-31. (Consulté le 12 aout 2020).

ANNEXE

Rejets bruts de flottation								
Mesure	Mode statique				Mode cinétique			
	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)
1	4	562.1	0.01	0.017	4	532	0.07	0.019
2	2.97	543	0.02	0.015	2.92	534	0.07	0.017
3	2.92	543	0.01	0.01	2.72	536.5	0.06	0.001
4	2.83	546.4	1.012	0.002	2.69	567.1	1.31	0.001
5	2.89	547.1	1.16	0.001	2.6	563.8	1.47	0.0009
6	2.81	554.2	1,17	0.001	2.56	557.7	1.5	0.001
7	2.77	/	/	/	/	565.9	/	/

Tableau 6: Résultats des mesures électrochimiques pour les rejets bruts de flottation des essais biocinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (sans sulfates de fer).

Tableau 7: Résultats des mesures électrochimiques pour les rejets bruts de séparation gravimétrique des essais biocinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (sans sulfates de fer).

Rejets bruts de séparation gravimétrique								
Mesure	Mode statique				Mode cinétique			
	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)
1	4	577.6	0.05	0.01	4	554	0.11	0.009
2	2.58	549.7	0.05	0.008	2.54	556	0.11	0.008
3	2.7	549.7	0.05	0.005	2.47	557.1	0.11	0.003
4	2.74	560.3	1.19	0.001	2.39	571	1.81	0.001
5	2.71	560.9	1.36	0.001	2.41	579.6	1.95	0.001
6	2.64	567.5	1.39	0.0009	2.28	572.4	2.1	0.0009

7	2.53					582.2		
---	------	--	--	--	--	-------	--	--

Tableau 8: Résultats des mesures électrochimiques pour le concentré de séparation gravimétrique des essais biocinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (sans sulfates de fer).

Concentré de séparation gravimétrique								
Mesure	Mode statique				Mode cinétique			
	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)
1	4	520.7	0.009	0.01	4	520	0.02	0.01
2	3.61	475.4	0.01	0.008	3.23	522.8	0.01	0.009
3	3.83	475.4	0.008	0.005	3.23	522.3	0.01	0.004
4	4.06	454.7	0.076	0.001	3.24	510.5	0.04	0.002
5	4.49	416.6	0.1	0.001	3.25	511.7	0.15	0.001
6	5.17	410.7	0.1	0.0009	3.26	528.5	0.16	0.001
7	5.28					525.7		

Tableau 9: Résultats des mesures électrochimiques pour le concentré de flottation des essais biocinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (sans sulfates de fer).

Concentré de flottation								
Mesure	Mode statique				Mode cinétique			
	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)
1	4	426.4	0.02	0.008	4	377	0.42	0.006
2	4.85	415.6	0.02	0.007	5.6	380	0.4	0.005
3	5.19	415.6	0.02	0.007	6.32	377.9	0.36	0.002
4	5.29	365.8	0.19	0.001	6.15	351.1	0.64	0.001
5	6.11	355.1	0.25	0.001	6.01	361.4	1.12	0.001
6	6.25	366.8	0.28	0.001	5.85	369.5	1.14	0.0008
7	6.15					378.3		

Tableau 10: Résultats des mesures électrochimiques pour les rejets de flottation des essais biocinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (sans sulfates de fer).

Rejets de flottation								
Mesure	Mode statique				Mode cinétique			
	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)
1	4	474.1	0.02	0.005	4	502	0.19	0.009
2	4.08	495.8	0.01	0.005	3.49	505	0.19	0.008
3	3.6	495.8	0.01	0.005	3.79	504.6	0,18	0.001
4	3.65	464.7	0.07	0.002	3.83	595	0.77	0.001
5	4.28	435.6	0.19	0.001	3.8	493.1	1.16	0.0009
6	4.86	433.8	0.2	0.001	3.75	495.3	1.17	0.001
7	4.83					496.6		

Tableau 11: Résultats des mesures électrochimiques pour les rejets bruts de flottation des essais biocinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (avec sulfates de fer).

Rejets bruts de flottation								
Mesure	Mode statique				Mode cinétique			
	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)
1	1.8	673	0.008	0.16	1.8	623.5	0.48	0.155
2	2.05	656	0.009	0.167	1.76	600.9	0.5	0.192
3	2.08	585	0.01	0.17	2.03	569.6	0,58	0.16
4	2.14	588.6	0.014	0.168	2.2	587.1	3.17	0.15
5	1.94	600.4	1.45	0.15	2.3	595.8	3.18	0.145
6	1.78	611	2.21	0.126	1.84	607.4	3.3	0.13
7					1.84	622.9		
8					1.53			

Tableau 12: Résultats des mesures électrochimiques pour les rejets bruts de séparation gravimétrique des essais biocinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (avec sulfates de fer).

Rejets bruts de séparation gravimétrique								
Mesure	Mode statique				Mode cinétique			
	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)
1	1.8	678	0.009	0.17	1.8	615.8	0.16	0.16
2	1.96	658	0.01	0.182	1.88	590	0.17	0.17
3	2	590	0.013	0.189	2.08	579.3	0,19	0.155
4	2.11	591.7	0.017	0.18	2.18	596.5	2.43	0.14
5	2.01	598.3	1.34	0.164	2.03	612.9	2.5	0.135
6	1.83	606.5	2.71	0.142	1.75	620.2	2.8	0.12
7					1.73	637.8		
8					1.3			

Tableau 13: Résultats des mesures électrochimiques pour le concentré de séparation gravimétrique des essais biocinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (avec sulfates de fer).

Concentré de séparation gravimétrique								
Mesure	Mode statique				Mode cinétique			
	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)
1	1.8	630	0.006	0.159	1.8	619.1	0.1	0.163
2	2.61	620	0.007	0.16	1.84	603	0.11	0.168
3	2.52	560	0.009	0.162	2.04	570.8	0,13	0.175
4	2.43	572.8	0.012	0.158	2.06	592.1	0.58	0.16
5	2.29	581.9	0.95	0.143	2.09	609.9	1.23	0.14
6	2.12	590.5	1.55	0.129	1.79	615.2	1.3	0.127
7					1.69	631.1		

8					1.42			
----------	--	--	--	--	-------------	--	--	--

Tableau 14: Résultats des mesures électrochimiques pour le concentré de flottation des essais biocinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (avec sulfates de fer).

Concentré de flottation								
Mesure	Mode statique				Mode cinétique			
	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)
1	1.8	640	0.007	0.138	1.8	601.4	0.18	0.16
2	2.51	626	0.008	0.14	2.16	585	0.19	0.18
3	2.45	558	0.01	0.146	2.11	574	0,28	0.16
4	2.32	581.3	0.012	0.14	2.29	570.8	3.5	0.14
5	2.08	593.2	1.25	0.124	2.33	567.3	3.6	0.135
6	1.89	603.3	1.44	0.12	2.53	567.4	3.8	0.12
7					2.53	595.8		
8					2.08			

Tableau 15: Résultats des mesures électrochimiques pour les rejets de flottation des essais biocinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (avec sulfates de fer).

Rejets de flottation								
Mesure	Avec agitation				Sans agitation			
	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)	pH	Eh (mV)	Densité optique	[Fe ²⁺] (mol/l)
1	1.8	660	0.004	0.09	1.8	617.1	0.007	0.156
2	2.27	645	0.005	0.105	1.89	596	0.008	0.16
3	2.25	575	0.007	0.11	2.03	586.8	0,1	0.13
4	2.21	585.1	0.009	0.105	2.07	570.5	3.5	0.11
5	1.97	599.8	1.46	0.095	2.11	588.8	3.7	0.1
6	1.78	610.9	1.93	0.08	2.16	599.8	4	0.08
7					1.98	624.7		

8					1.53			
----------	--	--	--	--	-------------	--	--	--

Tableau 16: Résultats de la solubilisation des éléments métalliques dans les rejets bruts de flottation des essais cinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (Sans et avec sulfates de fer).

Rejets bruts de flottation										
Mesure	Sans sulfates de fer					Avec sulfates de fer				
	Pb (mg/l)	Cu (mg/l)	Cd (mg/l)	Zn (mg/l)	Fe (mg/l)	Pb (mg/l)	Cu (mg/l)	Cd (mg/l)	Zn (mg/l)	Fe (mg/l)
1	1.09	0.38	0.156	13.55	50.2	1.09	3.05	0.146	8	40
2	1.86	0.74	0.183	13.8	48.6	1.2	7.8	0.176	8.5	50.5
3	2.44	0.9	0.204	13.9	46.5	1.56	13.5	0,199	9	46.1
4	2.7	1.2	0.208	14	45.5	2	14.2	0.198	10	80.5
5	2.9	1.5	0.22	14	45.3	2.5	15	0.198	11	100.5

Tableau 17: Résultats de la solubilisation des éléments métalliques dans les rejets bruts de séparation gravimétrique des essais cinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (Sans et avec sulfates de fer).

Rejets bruts de séparation gravimétrique										
Mesure	Sans sulfates de fer					Avec sulfates de fer				
	Pb (mg/l)	Cu (mg/l)	Cd (mg/l)	Zn (mg/l)	Fe (mg/l)	Pb (mg/l)	Cu (mg/l)	Cd (mg/l)	Zn (mg/l)	Fe (mg/l)
1	1.06	0.25	0.096	7.65	82.5	1.1	2.9	0.145	5.3	80
2	1.53	0.262	0.118	8	83	1.43	3.98	0.176	5.87	89.2
3	2.12	0.268	0.137	9	85	1.7	5	0,184	6.4	88.1
4	3.75	0.34	0.144	10	87	2.2	5.4	0.183	6.68	88.7
5	5.5	0.37	0.15	10	90	2.5	6	0.183	7	89

Tableau 18: Résultats de la solubilisation des éléments métalliques dans le concentré de flottation des essais cinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (Sans et avec sulfates de fer).

Concentré de flottation										
Mesure	Sans sulfates de fer					Avec sulfates de fer				
	Pb (mg/l)	Cu (mg/l)	Cd (mg/l)	Zn (mg/l)	Fe (mg/l)	Pb (mg/l)	Cu (mg/l)	Cd (mg/l)	Zn (mg/l)	Fe (mg/l)
1	0.34	0.11	0.001	0.77	3.35	2.5	6.35	0.168	6	6.4
2	0.45	0.12	0.019	0.74	2.3	2.4	8.73	0.171	5.2	5.4
3	0.15	0.113	0.025	0.7	1.1	2.2	10.45	0.173	3.089	4.5
4	0.16	0.11	0.022	0.62	2.1	2.1	9.78	0.172	3.085	5.2
5	0.17	0.1	0.02	0.55	2.45	2	9.4	0.172	3.081	5.6

Tableau 19: Résultats de la solubilisation des éléments métalliques dans le concentré de séparation gravimétrique des essais cinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (Sans et avec sulfates de fer).

Concentré de séparation gravimétrique										
Mesure	Sans sulfates de fer					Avec sulfates de fer				
	Pb (mg/l)	Cu (mg/l)	Cd (mg/l)	Zn (mg/l)	Fe (mg/l)	Pb (mg/l)	Cu (mg/l)	Cd (mg/l)	Zn (mg/l)	Fe (mg/l)
1	1.75	0.1	0.008	1.21	100	2.44	32.1	0.158	2.45	130
2	1.81	0.07	0.048	1.12	100.2	2.3	38.2	0.187	2.43	130.4
3	1.9	0.007	0.064	1.03	100.5	2.23	41.2	0.212	2.42	125.2
4	0.45	0.005	0.059	0.76	100.8	2.15	41.2	0.211	2.2	135.1
5	0.51	0.002	0.051	0.5	110	2.06	41.13	0.211	2.05	140.5

Tableau 20: Résultats de la solubilisation des éléments métalliques dans les rejets de flottation des essais cinétiques (avec agitation) dans le milieu 9K (Sans et avec sulfates de fer).

Rejets de flottation										
Mesure	Sans sulfates de fer					Avec sulfates de fer				
	Pb (mg/l)	Cu (mg/l)	Cd (mg/l)	Zn (mg/l)	Fe (mg/l)	Pb (mg/l)	Cu (mg/l)	Cd (mg/l)	Zn (mg/l)	Fe (mg/l)
1	0.27	0.82	0.02	4.81	7.8	2.43	8.7	0.112	6.75	110.2
2	0.34	0.67	0.045	3.65	5.4	2.28	5.6	0.119	4.3	98
3	0.17	2.5	0.057	2.87	4.75	2.24	4.6	0.124	2.97	95.3
4	0.18	2.5	0.052	2.86	6.2	2.22	9.3	0.138	2.94	97
5	0.18	2.5	0.049	2.85	6.65	2.04	10.35	0.155	2.91	98.7