

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



Département du génie minier
COSIDER Carrières
Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie minier

**Contribution à la valorisation des carbonates de calcium du gisement de COSIDER
(Constantine)**

Amira BELGHOUL

Abir BOUACHA

Sous la direction de M. Djamel BENKACI

Présenté et soutenu publiquement le 21/06/2018

Composition du jury :

Présidente :	Mme . Amira MERCHICHI	MAA	ENP
Promoteur :	M. Djamel BENKACI	MAGISTER	ENP
Examineur :	M. Larouci CHANANE	MAA	ENP

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



Département du génie minier

COSIDER Carrières

Mémoire de projet de fin d'études

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

**Contribution à la valorisation des carbonates de calcium du gisement de COSIDER
(Constantine)**

Amira BELGHOUL

Abir BOUACHA

Sous la direction de M. Djamel BENKACI

Présenté et soutenu publiquement le 21/06/2018

Composition du jury :

Présidente :	Mme . Amira MERCHICHI	MAA	ENP
Promoteur :	M. Djamel BENKACI	MAGISTER	ENP
Examineur :	M. Larouci CHANANE	MAA	ENP

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études,

A mes chères sœurs Khadija et Asma pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral,

A mon cher frère Sidali pour sa présence et sa patience,

A mes chers oncles, tantes, leurs époux et épouses, à mes chers cousins et cousines, un grand merci pour votre accueil chaleureux pendant mon cursus universitaire.

A toute ma promotion du génie minier et à tous mes amis, et surtout ma binôme Abir, et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, que ce travail soit le fruit de votre soutien infailible.

Amira

Dédicaces

Je remercie **ALLAH** le tout puissant de m'avoir donné la force, le courage et la patience de mener ce modeste travail à sa fin.
À celle qui m'a fait venir au monde, celle qui s'est sacrifiée pour me voir grandir et réussir,
À toi ,je dédie ce travail en témoignage de mon profond amour,
Toi qui est la lumière de ma vie, ma très chère mère **NOURA**.
Au guide de ma vie, celui qui a répondu de la lumière sur mon chemin, celui qui s'est donné tant de mal pour me voir en arriver là,
À toi cher père **ABD ALLAH**.
A mes adorables soeurette Sara, Fatima,Imen .
À mes chers frères Mohamed et Nizar.
A ma nièce Loudjéine et mes chers petits neveux Sadjed, Skander, Anes, Iyad
Tous les membres de ma famille
À ma chère amie et binôme Amira, et toute sa famille.
À mes proches et amies : Chahinez , Sara .
Une spéciale dédicace à cette personne qui compte énormément pour moi, et pour qui je porte beaucoup de tendresse et de respect à toi **ILYES**.
À tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin pour la réalisation de ce mémoire
Enfin À tous ceux qui m'aiment.

Abir

Remerciements

Nous souhaitons adresser nos remerciements les plus sincères aux personnes qui nous ont apporté leur aide et qui ont contribué à l'élaboration de ce mémoire ainsi qu'à la réussite de cette année universitaire.

Nous tenons d'abord à remercier notre encadreur de mémoire de fin d'étude M. BENKACI Djamel qui nous a permis de bénéficier de son encadrement, il s'est toujours montré disponible et à l'écoute tout au long de la réalisation de ce mémoire. Les conseils qu'il nous a prodigués, la patience, l'aide et le temps qu'il nous a consacré ont été déterminants dans la réalisation de notre travail de recherche.

Nos remerciements s'étendent également à M. OUELD HAMOU Malek, chef de département génie minier, pour sa collaboration avec nous dans l'accomplissement de ce modeste travail, ainsi qu'aux membres du jury M. CHANANE LAROUCI et Mme MERCHICHI AMIRA pour leur contribution, pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre projet et pour avoir accepté d'examiner et de juger notre travail, ainsi l'enrichir par leurs remarques.

Nos remerciements s'adressent aussi à Mme HALIMA technicienne de laboratoire au département Génie Minier.

Nous tenons à exprimer nos sincères remerciements à tous les professeurs qui nous ont enseigné, pour la richesse et la qualité de leur enseignement, et qui par leurs compétences nous ont soutenu dans la poursuite de nos études.

Un grand merci à M. BENAGOUNE, Mme BEDRI Khaoula, Mme SATOUH Imane, M.AYAD Mohamed, personnel de l'entreprise COSIDER CARRIERES, qui ont été toujours à notre disposition pour répondre à nos questions d'une manière très cordiale.

On n'oublie pas nos familles et nos amis pour leur encouragement, leur soutien et leur patience au cours de la réalisation de ce mémoire.

Enfin, on remercie tous ceux qui, de près ou de loin, ont participé à l'élaboration de ce travail.

Merci à toutes et à tous.

ملخص:

كوسيدار للمحاجر هي مؤسسة وطنية متخصصة في انتاج وتسويق الحصى ترغب اضافة على هذا النشاط، الاستثمار في كربونات الكالسيوم، وعليه فالهدف من هذا العمل هو التحقق والتأكد من ان عينات كربونات الكالسيوم المستخرجة من الارض الخاصة بكوسيدار صالحة للاستثمار وتستجيب لمختلف المتطلبات الصناعية، لذلك قمنا بعدة تجارب وبحوث من أجل تحسين درجة بيوضة كربونات الكالسيوم من خلال: الفصل المغناطيسي والتبييض بمفاعلات كيميائية مؤكسدة ومرجعة واختيار الطريقة الأكثر فعالية للحصول على أفضل النتائج.

الكلمات الدالة

- كربونات الكالسيوم، درجة بيوضة، ازاله اكسيد الحديد، عوامل التبييض، الفصل المغناطيسي.

Abstract:

Cosider Quarries is a national company specialized in the production and marketing of aggregates, that desires to add to this activity; the investment in the field of calcium carbonates; therefore, the objective of this work is to verify that calcium carbonate samples extracted from their deposits are suitable for investment and meet various industrial requirements.

For this purpose, we have done several experiments and researches to improve the degree of whiteness of calcium carbonates through several operations such as: magnetic separation and bleaching with oxidizing and reducing chemical agents, in order to choose the most efficient method which leads to the best results.

Keywords

-Calcium carbonate, degree of whiteness, removal of iron oxide, whitener, magnetic separation.

Résumé :

Cosider carrières est une entreprise nationale spécialisée dans la production et la commercialisation des granulats souhaitant ajouter à cette activité ; l'investissement dans le domaine des carbonates de calcium ; par conséquent l'objectif de ce travail est de vérifier que les échantillons de carbonate de calcium extraits de leurs gisements sont adaptés à l'investissement et répondent à diverses exigences industrielles.

Pour cela, nous avons mené plusieurs expérimentations et recherches pour améliorer le degré de blancheur des carbonates de calcium par le biais de plusieurs opérations telles que :la séparation magnétique et le blanchiment avec des réactifs chimiques oxydants et réducteurs, afin de choisir la méthode la plus efficace qui mène aux meilleurs résultats.

Mots clés

- Carbonate de calcium, degré de blancheur, élimination de l'oxyde de fer, agent de blanchiment, séparation magnétique.

Tables des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale	13
Partie théorique	14
Chapitre 1 : Généralités sur les carbonates de calcium	15
1.1 Définition.....	16
1.2 Etat naturelle	16
1.3 Contexte géologique	16
1.4 Caractéristiques.....	16
1.5 Les systèmes cristallins	17
1.5.1 La calcite	17
1.5.2 L'aragonite	17
1.5.3 La vatérite	18
1.6 Variétés de carbonates de calcium	18
1.7 Domaine d'application des carbonates de calcium	18
1.8 Les exigences des principaux utilisateurs	20
1.9 Production des carbonates de calcium	21
1.9.1 Le marché nationale(algérien).....	21
1.9.2 Le marché international	21
1.10 Définition et mesure de la blancheur	22
1.11 Les paramètres influençant sur la blancheur	24
1.12 Les critères de blancheur selon l'utilisation du carbonates de calcium	24
Chapitre 2 : Enrichissement du minerai de carbonates de calcium	26
Partie 1 : Aspect minéralurgique	27
2.1.1 Préparation mécanique (fragmentation) du minerai.....	27
2.1.1.1 Introduction.....	27
2.1.1.2 Le concassage	27
2.1.1.2.1 Modes de concassage	27
2.1.1.2.2 Le degré de concassage ou rapport de réduction "i".....	28
2.1.1.2.3 Types de concasseurs et leurs principes de fonctionnement.....	29
2.1.1.2.4 Appareils opérant par écrasement (compression).....	29
2.1.1.2.4.1 Concasseurs à mâchoires.....	29
2.1.1.2.4.2 Concasseurs giratoire.....	30
2.1.1.2.4.3 Concasseurs à rotors dentés	30
2.1.1.3 Le criblage.....	31
2.1.1.3.1 Classification des cribles.....	31

2.1.1.4 Le broyage.....	31
2.1.1.4 L'analyse granulométrique.....	32
2.1.1.4.1 Définition.....	32
2.1.1.4.2 Analyse granulométrique par tamisage.....	33
2.1.1.4.3 Analyse granulométrique par diffraction laser.....	33
2.1.1.4.4 Comparaison de la granularité mesurée par tamisage et par diffusion laser.....	34
2.1.2 La séparation magnétique.....	34
2.1.2.1 Séparateur magnétique.....	35
2.1.2.2 Appareils utilisés.....	36
2.1.2.3 Paramètres influençant sur la capture dans un séparateur magnétique.....	36
PARTIE 2 : Enrichissement par des agents de blanchiment.....	37
2.2.1 Procédés de blanchiment.....	37
Le blanchiment en un seul stade.....	37
2.2.1.1. L'utilisation d'un agent oxydant.....	37
2.2.1.2 L'utilisation d'un agent reducteur.....	38
2.2.1.3 Blanchiment par un agent chélatant.....	39
Le blanchiment multistade.....	42
Partie pratique.....	41
Chapitre 3 : Cadre géographique et géologique.....	42
3.1 Cadre géologique.....	43
3.2 Localisation et situation géographique du gisement.....	43
3.3 Réseau hydrographique, géomorphologie et végétation.....	43
3.4 Climat.....	43
3.5 Cadre géologique du gisement.....	44
3.6 Stratigraphie.....	45
3.7 Tectonique.....	47
3.8 Géologie locale.....	47
Chapitre 4 : Identification du minerai de Carbonate de Calcium.....	50
4.1 Préparation mécanique.....	51
4.1.1 Introduction.....	51
4.1.2 Prélèvement des échantillons.....	51
4.1.3 Préparation mécanique des échantillons.....	51
4.1.4 Echantillonnage.....	52
4.1.5 Analyse granulométrique.....	53
4.1.5.1 Par tamisage.....	53
4.1.5.2 Par diffraction laser.....	57
4.2 Caractérisation physique.....	60
4.2.1 Calcul du taux d'humidité.....	60
4.2.2 Masse volumique.....	60
4.2.2.1 Masse volumique apparente.....	61
4.2.2.2 Masse volumique absolue.....	61

4.2.3 Calcul de la porosité.....	61
4.2.4 Teneur en carbonates de calcium.....	62
4.2.5 Perte au feu.....	63
4.3 Caractérisation géotechnique.....	64
4.3.1 Essai Los Angeles.....	64
4.3.2 Equivalent de sable.....	65
4.3.3 Essai au bleu de méthylène.....	66
4.4 Caractérisation optique.....	66
4-5 Caractéristique chimique.....	66
Chapitre 5 : Essais d'enrichissement du carbonate de calcium.....	68
5.1 Enrichissement par séparation magnétique.....	69
5.2 Enrichissement par des agents de blanchiment.....	69
5.2.1 Blanchiment en un stade.....	69
5.2.2 Blanchiment multistades.....	71
Conclusion générale	72
Bibliographie.....	73
Annexes.....	76

Liste des tableaux :

Tableau 1-1 : Critères chimiques exigés selon les utilisations pour les calcaires (Normes AFNOR).....	21
Tableau 3-1 : Coordonnées du périmètre en UTM (Zone 32) de N°7191PEC.....	48
Tableau 4-1 : Résultats des analyses granulométriques (Echantillon Aa1).....	54
Tableau 4-2 : Résultats des analyses granulométriques (Echantillon Aa2).....	55
Tableau 4-3 : Classes de granulométrie de sols	57
Tableau 4-4 : Résultats de l'analyse granulométrique par diffraction laser.....	59
Tableau 4-5 : Résultats des essais de la teneur en eau.....	60
Tableau 4-6 : résultats des essais de la masse volumique apparente.....	61
Tableau 4-7 : résultats des essais de la masse volumique absolue.....	61
Tableau 4-8: Résultats des essais de la teneur en carbonate de calcium.....	62
Tableau 4-9 : Classification de l'échantillon en fonction de la teneur en carbonate...63	
Tableau 4-10 : Résultats des essais de perte au feu.....	64
Tableau 4-11 : Résultats des essais Los Angeles (LA).....	65
Tableau 4-12 : Résultats des essais de l'équivalent de sable.....	65
Tableau 4-13 : Résultats du degré de blancheur de tout-venant de carbonate de calcium (Aa1, Aa2, Aa3, Aa4).....	66
Tableau 4-14 : Résultats des analyses granulochimique.....	67
Tableau 5-1 : Résultats des essais de la séparation magnétique de l'échantillon Aa4.....	69
Tableau 5-2 : Résultat des essais de mesure du degré de blancheur de l'échantillon Aa4	69
Tableau : 5-3 : Résultat de mesure de degré de blancheur des différents échantillons d'après l'ORGM.....	88
Tableau : 5-4 : Résultat de mesure de degré de blancheur des différents échantillons d'après l'ENG.....	89

Liste des figures :

Figure 1-1 : Les différentes roches de carbonate de calcium.....	16
Figure 1-2 : Calcite.....	17
Figure1-3 : Aragonite.....	17
Figure 1-4 : La vatérite « lentille ».....	21
Figure 1-5 : La vatérite « rose des sables.....	18
Figure 1-6 : l'offre en carbonate de calcium des pays riverains de la Méditerranée (ORGM 2011)	21
Figure 1-7 : Présentation graphique de l'espace colorimétrique CIELab.....	26
Figure 1-8 : photo du chromamètre Konica Minolta cr-410.....	27
Figure 2-1: concasseur à mâchoire à simple effet.....	33
Figure 2-2 : a – à vitesse lente (marche dite «en cascade»); b - à vitesse intermédiaire (marche dite mixte);c - à vitesse normale (marche dite «en cataractes).....	35
Figure2-3: séparateur magnétique du laboratoire du département génie minier.....	39
Figure 3-1:Situation de Djebel El Madjène (extrait de la carte topographique N°5.7-8 à 1/ 25 000 d'El Khroub).....	47
Figure 3-2: Situation de Djebel El Madjène (Extrait de la carte géologique d'El Khroub N°97 à 1 / 50 000 d'El Khroub).....	49
Figure 3-3: image satellite prise par Google Earth du contour du gisement COSIDER.....	50
Figure 4-1 : Schéma technologique du traitement mécanique des CaCO ₃	53
Figure 4-2 : Diviseur à couloir du laboratoire de génie minier.....	54
Figure 4-3 : Courbe granulométrique représentant la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), Echantillon Aa1	55
Figure 4-4 : Analyse des différentes classes granulométrique échantillon Aa1.....	56
Figure 4-5 : Courbe granulométrique représentant la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), Echantillon Aa2.....	57
Figure 4-6 : Analyse des différentes classes granulométrique échantillon Aa2.....	57
Figure 4 -7: granulomètre à diffraction laser.....	59
Figure 4-8 : Résultat obtenu par le granulomètre laser.....	61
Figure 4-9 : La machine Los Angeles.....	65

Liste des abréviations :

ENG : Entreprise nationale du granulat.

ENOF : Entreprise Nationale des Produits Miniers Non Ferreux.

DCA : Drain calcaire anoxique.

AFNOR : Association française de normalisation.

ORGM : Office National de Recherche Géologique et Minière ...

CIE : Commission international d'éclairage.

PY : Peroxyde-Hydrosulfite.

YP : Hydrosulfite-Peroxyde.

YPY : Hydrosulfite-Peroxyde- Hydrosulfite.

MF : Module de finesse.

L* = clarté.

a* = composant rouge-vert.

b* = composant jaune-bleu.

Cc : Coefficient de courbure.

Cu: Coefficient d'uniformité.

PAF : Perte au feu.

ES : Equivalent de sable.

MB : Bleu de méthylène

Introduction générale

Introduction générale : [30]

Les formations carbonatées sont très largement distribuées à la surface du globe , parmi lesquelles on trouve les carbonates de calcium; qui se figurent sous un très grand nombre de formes : calcaire massif, craie, marbre ... naturelle ou précipitée (produit synthétiquement, par précipitation de lait de chaux purifié Ca(OH)_2 à l'aide de CO_2 selon la réaction : $\text{Ca(OH)}_2 + \text{CO}_2 = \text{CaCO}_3 + \text{H}_2\text{O}$).

Grace à ses propriétés diverses, le carbonates de calcium est utilisé dans différents domaines tels que l'industrie du bâtiment (peintures, fabrication de ciment), l'industrie de verrerie et dans la vie quotidienne (papier, encres d'imprimerie, pharmacie, cosmétique, alimentaire). Les différentes méthodes de production permettent de conférer un grand nombre de fonctionnalités au carbonate de calcium.

De plus, la couleur joue un rôle primordial dans la création de l'image d'un produit et peut même avoir un effet important sur les ventes. Pour cette raison, les fabricants attachent de plus en plus d'importance à la couleur, au point d'intégrer le contrôle de la couleur dans la stratégie d'entreprise.

Vu que l'extension de l'ancien site a atteint l'habitation, un nouveau site de substitution a été conféré à COSIDER, et selon les résultats des différentes analyses effectuées favorisant l'investissement dans l'industrie des carbonates de calcium, COSIDER s'intéresse à ajouter cette activité à son ensemble des activités de production des granulats.

Pour bien connaître la situation actuelle du gisement et avoir les données nécessaires à la réalisation de ce projet, nous avons proposé de mener une étude de valorisation des CaCO_3 , basée sur des résultats des essais effectués au niveau du laboratoire du département génie minier et du laboratoire de l'entreprise nationale des granulats 'ENG'.

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la réalisation de notre projet de fin d'études qui consiste à vérifier l'aptitude de ce nouveau site à l'exploitation des carbonates de calcium.

Pour mener à bien réaliser ce thème de recherche, notre méthodologie de travail s'appuie sur les étapes suivantes :

- Partie théorique :

CHAPITRE 1 : Généralités sur le carbonate de calcium.

CHAPITRE 2 : Méthode d'enrichissement de Carbonate de Calcium.

- Partie expérimentale :

CHAPITRE 3: Cadre géographique et géologique du gisement.

CHAPITRE 4 : Identification du minerai de Carbonate de Calcium.

CHAPITRE 5:Essais d'enrichissement du minerai de Carbonate de Calcium.

Cette nouvelle activité constitue un apport financier pour COSIDER, et un développement économique pour la région à travers les marchés locaux desservis suffisamment sans avoir besoin de s'approvisionner dans les autres wilayas.

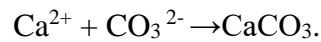
Partie théorique

Chapitre 1 : Généralités sur les carbonates de calcium

1.1 Définition [14]

➤ Le carbonate de calcium

Le carbonate de calcium CaCO_3 est le composé majeur des roches calcaires comme la craie mais également le marbre. C'est le constituant principal des coquilles d'animaux marins, du corail et des escargots. Le carbonate de calcium se forme selon la réaction suivante :



-Nom chimique : carbonate de calcium.

-Formule : CaCO_3

-masse molaire : 100,09 g/mole

-Forme cristalline : Calcite (rhomboédrique) Aragonite (orthorhombique) Vatérite (Hexagonale).

-Teneurs moyennes de l'écorce terrestre : 4% en CaCO_3 .

1.2 Etat naturel : [14]

L'élément calcium est surtout présent dans la nature associé aux ions carbonates pour donner du carbonate de calcium, CaCO_3 , principalement sous forme de calcite ou d'aragonite, dans des roches calcaires (qui par définition contiennent plus de 50 % de CaCO_3), des dolomies, qui contiennent de la dolomite, $(\text{Ca}, \text{Mg})(\text{CO}_3)_2$, des marnes (calcaire, argile), des calcaires particuliers : craie (90 à 98% de CaCO_3), stalactites, stalagmites, marbre.... Dans tous les cas de figures, les **roches sédimentaires** (environ 3% de la lithosphère) sont composées 20% de roches calcaires.

1.3 Contexte géologique : [31]

Les carbonates de calcium utilisés, comme charge, sont généralement obtenus par broyage de roches naturelles telles que les craies, les calcaires et les marbres.



Craie

Calcaire

Marbre

Figure 1-1 : Les différentes roches de carbonate de calcium

Un certain nombre d'impuretés peuvent affecter les caractéristiques physiques ou chimiques des calcaires, telles que :

- Le carbonate de magnésium (dans les calcaires dolomitiques) ;
- les argiles (calcaires marneux) ;
- le quartz (dans les calcaires gréseux) ;
- la silice cryptocristalline (calcédoine) ;
- les matières organiques (colorations brunes ou grises) ;
- les oxydes et sulfures

1.4 Caractéristiques : [25]

-pH : 9.

-Température de fusion : 1100 K.

-Dureté relativement faible, est égale à 3 (est facilement rayé par la pointe d'un couteau ou d'une aiguille) et se reconnaît au violent dégagement de CO₂ au contact d'une goutte de HCl (à 10%) déposée sur l'échantillon.

-Solubilité à l'eau : très faiblement soluble dans l'eau pure (de l'ordre de 15 à 20 mg.L⁻¹ à 25 °C) mais beaucoup plus soluble dans l'eau chargée en dioxyde de carbone ou de sel d'ammonium.

-Stabilité des produits : produit stable dans les conditions normales d'utilisation et de stockage pour ce qui concerne la calcite contrairement aux deux autres formes cristallines, à savoir, l'aragonite et la vaterite.

-La dissociation du carbonate de calcium ou décarbonatation, sous l'effet de la chaleur se pratique environ vers 900°C ; il faut environ 396 Kcal/kg de CaCO₃

$\text{CaCO}_3 + \text{chaleur}^* \text{ vers } 900^\circ\text{C} \text{ ---> CaO (la chaux) + CO}_2 \text{ (gaz carbonique)}$

-Réaction dangereuse: avec de l'acide concentré.

-Produit Non toxique.

-Masse volumique absolue : MVA (kg/m³) = 2.7 ;

-Module de déformation : E= 80000 MPa

1.5 Les systèmes cristallins : [30] ;[1]

- Selon (ROQUES (1990) in KHALIL (1994)), il existe trois variétés cristallographiques de carbonate de calcium.

1.5.1 La calcite :

C'est la variété thermodynamiquement stable à la température ambiante et la plus fréquemment observée dans la nature. Sa maille élémentaire est rhomboédrique à faces centrées. C'est la forme cristallographique la moins soluble. (Figure1-2).



Figure 1-2 : Calcite

1.5.2 L'aragonite:

L'aragonite est orthorhombique (pseudo-hexagonale) et se présente en général sous forme d'aiguille (Figure1-3), elle est métastable à température ordinaire et se transforme en calcite.



Figure1-3 : Aragonite

1.5.3 La vatérite :

Cette variété est hexagonale. Du fait de sa grande instabilité au contact de l'eau à température ambiante, ses caractéristiques sont mal connues. Le faciès le plus courant est en lentille (Figure, 1-4) ; mais on rencontre aussi des faciès en forme de " roses des sables" (Figure, 1-5).



Figure 1-4: La vatérite « lentille »



Figure 1-5: La vatérite « rose des sables »

1.6 Variétés de carbonate de calcium : [29]

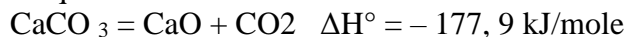
Le CaCO_3 , possède de nombreuses variétés dues à des corps isomorphes. Parmi ces variétés présentant des caractères physiques particuliers, nous noterons la forme transparente et incolore de la calcite. La calcite est un des minéraux les plus communs de l'écorce terrestre. Elle constitue parfois des massifs entiers (montagnes de calcaires).

- Les différentes variétés de la calcite sont :
 - Les calcites granulaires homogènes, en masses compactes importantes, sont appelées calcaires cristallins.
 - Les variétés cryptocristallines de roches formées de calcite, souvent stratifiées et constituées des débris organiques, sont dénommées calcaires.
 - La variété de calcite fibreuse, d'état soyeux, se présentant en filonnets dont les fibres sont disposées perpendiculairement aux parois des fentes de la roche encaissante, est assez rare.
 - Quelquefois, le carbonate de chaux déposé par les sources chaudes constitue des formations compactes, semi-transparentes, finement veinées, présentant des dessins remarquables, appelées onyx calcaire.

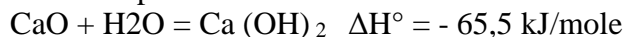
1.7 Domaine d'application des carbonates de calcium : [5]

➤ Fabrication de la chaux :

- Chaux vive est obtenue par calcination du calcaire (à 900°C) selon la réaction chimique suivante :



- Chaux éteinte est obtenue par l'addition d'eau à la chaux vive dans des hydrateurs, sous une température de 110°C :



➤ Verrerie :

Le calcaire et la dolomie sont des matières premières indispensables qui entrent pour environ 30% dans la fabrication du verre. Ils transmettent au verre une meilleure résistance à la chaleur, de meilleures propriétés mécaniques et une plus grande résistance aux agressions chimiques. Dans la verrerie, le calcium est l'un des constituants indispensables pour le verre creux, la fibre de verre, le verre optique, la laine de verre, etc.

L'industrie verrière exige des pierres calcaires riches en carbonate de calcium et pauvres en éléments chromatiques, tels que le fer et le manganèse. Ces produits doivent être soigneusement lavés, broyés et rigoureusement calibrés pour être incorporés à la cuisson.

➤ Agriculture :

Amendement :

Les carbonates calcaïques (calcaire, craie, marne) et magnésiens (dolomie) sont très utilisés pour les amendements. En effet, leur épandage sous forme de poudres crues permet de corriger l'acidité du sol, d'en améliorer sa texture et de fournir les nutriments (CaO et MgO) indispensables aux plantes.

➤ Alimentation animale et humaine

Les poudres de carbonates (calcaires, dolomies) sont mélangées aux farines qui alimentent les bovins, les porcins ou les volailles avec une teneur moyenne de 1,0 à 1,5 % et jusqu'à 6,0 % pour les volailles. Les poudres de calcaires peuvent être utilisées en confiserie et en boulangerie pour son rôle d'antiagglomérant et pour la fabrication de pâtes à mâcher (chewing-gum). Dans ce cas, les poudres sont plus pures que celles utilisées pour l'alimentation animale.

➤ Industrie des peintures, caoutchouc et plastiques :

- Peintures

Le carbonate de calcium est l'extension la plus importante pour les peintures. De dimension micronisés, il est considéré comme charge minérale. Il est utilisé pour étendre les résines dans les peintures.

Il est utilisé comme une aide à la pigmentation, et aussi pour aider à contrôler la finition.

Ses qualités de dureté et de blancheur conviennent bien pour les peintures.

- Plastiques :

Le carbonate de calcium est largement utilisé, en tant que charge, dans les produits plastiques, comprenant jusqu'à 25% du volume. Le carbonate de calcium est souvent mélangé à des additifs tels que les stéarates comme aide au collage à l'intérieur de la matière plastique.

- Caoutchouc :

Le carbonate de calcium contribue à améliorer les propriétés mécaniques. Il est utilisé comme diluant et pour contrôler les propriétés d'écoulement des produits qui doivent être moulés.

➤ Papier :

Le carbonate de calcium est utilisé comme charge pour le papier. La granulométrie et la couleur sont essentielles. Comme un matériau alcalin, il réduit l'acidité du papier et améliore la durabilité des imprimantes. La proportion de minéraux dans le papier varie de 15 à 30% et peut atteindre 40% dans des papiers de luxe.

➤ L'industrie chimique :

Le carbonate de calcium est utilisé :

- Comme matière de base pour la fabrication : du carbonate de soude (Na_2CO_3), de chlorure de calcium (CaCl_2) et de la soude ;

- Dans la désulfuration des gaz industriels ;

- Dans le traitement chimique des eaux ;

- Dans la neutralisation, ajustement du pH ;

➤ Fabrication des ciments :

Les carbonates de calcium peuvent en général accélérer l'hydratation du ciment avec comme conséquence, une amélioration des résistances à la compression à jeune âge.

Le carbonate de calcium est une matière importante dans la fabrication du clinker. La composition du mélange cru pour la fabrication du clinker correspond à une teneur en CaO de l'ordre de 42-43%, soit environ 76% de CaCO_3 .

➤ Traitement des fumées :

Dans les centrales électriques utilisant des combustibles fossiles, notamment le charbon, le calcaire et la chaux sont utilisés à très grande échelle pour la désulfuration des fumées. En effet, le calcaire introduit sous forme finement broyé, avec le charbon lors de sa combustion dans les centrales électriques, permet d'éliminer jusqu'à 95% du soufre qui serait émis sous forme de SO₂.

➤ Secteur pétrolier :

Un faible pourcentage de carbonates (calcaire, dolomie) est utilisé pour les boues de forage afin de les rendre plus visqueuses et denses si besoin est. Il est aussi utilisé pour boucher les pores de la formation rocheuse, et ainsi plus ou moins étanchéfier les parois du puits

➤ Construction / Bâtiment et travaux publics (BTP)

Les matériaux carbonatés pour l'usage en BTP sont généralement de qualité moindre en termes de blancheur ou de pureté chimique, néanmoins caractérisés par une haute teneur en CaCO₃. Ils sont broyés pour obtenir des poudres de dimension inférieure à 80 µm, les fillers. Les calcaires ou dolomies sous forme de fillers sont utilisés pour produire des asphaltes d'étanchéité en étant mélangés au bitume. Ils entrent également dans la composition des enrobés routiers bitumineux. Dans l'asphalte, le carbonate de calcium sous forme de filler agit comme correcteur granulaire pour augmenter la résistance mécanique du mélange et pour remplir les interstices entre les éléments. Il améliore la cohésion avec le bitume. Les fillers doivent être conformes à la norme européenne standard EN 13043 ou aux réglementations locales en vigueur.

➤ Charges en pharmacie et cosmétique

Dans ces applications, les carbonates de calcium sont également utilisés sous formes de charges très fines (<80 µm) et très pures, avec des teneurs en CaCO₃ supérieures ou égales à 98 %.

- En pharmaceutique :

De nombreux médicaments et produits cosmétiques contiennent du carbonate de calcium comme matière de base pour des comprimés ou de groupage de médicaments liquides, de pommades ou de crèmes. Le carbonate de calcium est utilisé dans les dentifrices comme épaississant et abrasif doux, destiné à l'élimination des taches extrinsèques et des dépôts colorés.

- En cosmétique :

Les carbonates sont utilisés pour leurs qualités de rétention d'essences de parfum.

Sous forme de poudres crues, les carbonates peuvent aussi entrer dans la composition d'insecticides et de pesticides.

➤ Drain calcaire anoxique (DCA) :

Un DCA est un drain enterré, rempli de calcaire concassé et dépourvu d'oxygène. Il est entouré d'une géomembrane et recouvert d'une couche d'argile pour garantir l'étanchéité. On utilise un drain calcaire anoxique (DCA) comme prétraitement pour ajouter de l'alcalinité. Le traitement d'un DCA consiste à mettre en solution des carbonates, ce qui diminue l'acidité et par conséquent, augmente le pH.

1.8 Les exigences des principaux utilisateurs :

D'une manière générale, les utilisateurs, particulièrement les opérateurs du secteur public exigent un carbonate de calcium d'une teneur minimum de 95% de CaCO₃, d'une blancheur variant entre 80% et 98% (selon les utilisations), un taux d'humidité variable et une granulométrie variable.

Tableau 1-1: Critères chimiques exigés selon les utilisations pour les calcaires (Normes

Destination	Eléments chimiques et leurs teneurs en %							
	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	S	P	k-Na-Zn-Pb-Cu
Chimie	>50	< 1	<0.2	<0.3	-	-	-	-
Charges	>55	-	<0.2	<0.2	-	-	-	-
Verrerie	>55	-	<0.7	<0.1	<0.3	-	-	-
Agriculture	>35	-	<1	<1	-	-	-	Pb<0.05 pour alimentation
Traitement des fumées	>51	<1.5	-	-	-	<0.1	-	-

AFNOR).

1.9 Production des carbonates de calcium

1.9.1 Le marché national (algérien)

- L'offre nationale actuelle en carbonate de calcium émane, essentiellement, de deux entreprises du secteur minier : ENG et ENOF, avec des capacités de:

-150 000 t/an pour l'Entreprise Nationale des Granulats (ENG),

-20 000 t/an pour le groupe ENOF.

A titre d'indication, le carbonate de calcium est largement développé en Algérie et le potentiel le plus intéressant est localisé à l'Ouest avec les gisements de Béni Saf, M'said et Oggaz en exploitation et à l'Est dans la région d'El-Khroub avec les gisements (M'Zaret El Maïze, Settas, Mazoula, Tegmert, Dj. Bergli, Kef El Ogueb, Aïn El Merdja, Koudiat Gemma, Oued Rarezel, Ain Mokhtar, Kef Kellal, Kef Salah...).

1.9.2 Le marché international

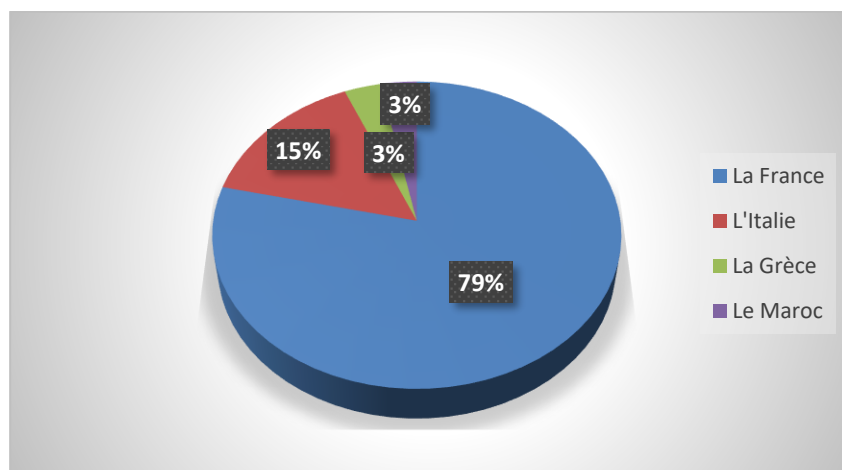


Figure 1-6: l'offre en carbonate de calcium des pays riverains de la Méditerranée(ORGM 2011).

1.10 Définition et mesure de la blancheur :[31]

La blancheur est une valeur exprimée par un degré de blancheur par rapport au blanc absolu. Cette notion peut être modulée en fonction des conditions d'analyse en laboratoire (appareils de mesure, lumière du jour, lumière artificielle) et de l'examen visuel (sensibilité spécifique de l'œil humain).

En 1931, la CIE a élaboré le système colorimétrique xyY représentant les couleurs selon leur chromaticité (axes x et y) et leur luminance (axe Y).

Toutefois, ce mode de représentation purement mathématique ne tient pas compte des facteurs physiologiques de perception de la couleur par l'œil humain, ce qui résulte en un diagramme de chromaticité laissant par exemple une place beaucoup trop large aux couleurs vertes.

Afin de remédier aux lacunes du modèle xyY, la CIE développe le modèle colorimétrique $L^*a^*b^*$ (aussi connu sous le nom de CIELab), dans lequel une couleur est repérée par trois valeurs : L , a et b .C'est l'un des espaces colorimétriques uniformes recommandé par la CIE en 1976 dans le but de correspondre plus précisément à la vision humaine des couleurs et de façon à réduire l'un des principaux problèmes de l'espace couleur xyY, à savoir que des distances égales sur le diagramme de chromaticité x,y ne représente pas des différences égales des couleurs perçus .

Une couleur ne peut être ni rouge et verte à la fois, ni bleue et jaune à la fois, mais elle peut être à la fois rouge et jaune (orange) ou rouge et bleue (pourpre, magenta). Le rougissement ou le verdissement est exprimé par la valeur d'une coordonnée a^* , positive si rouge et négative si vert. Le jaunissement ou le bleuissement est, quant à lui, représenté par une coordonnée b^* , positive si jaune et négative si bleu.

L'espace colorimétrique CIELab s'inscrit dans une sphère légèrement aplatie (figure1-7). L'axe vertical L^* , correspond à la clarté ou la luminance (varie du noir au blanc.), allant de 0 à 100. La valeur 100, localisée en haut de l'axe, représente le blanc ou la réflexion totale ; la valeur 0, en bas, le noir ou l'absorption totale. L'axe L^* correspond donc à l'échelle des neutres. Dans chaque plan vertical de la sphère, qui représente une valeur donnée de clarté L^* , deux axes orthonormés servent à positionner les coordonnées de chromaticité : l'axe - $a^*/+a^*$ pour le vert et le rouge, et l'axe - $b^*/+b^*$ pour le bleu et le jaune. Il a été conçu pour ajouter la propriété de conservation de la différence perceptuelle : la distance entre deux points dans l'espace Lab est proportionnelle à la différence perçue entre les 2 couleurs correspondantes. Cette propriété est particulièrement intéressante lorsqu'on souhaite remplacer une couleur par une couleur proche. La teinte et la saturation d'une couleur donnée seront déterminées par les coordonnées cartésiennes a^* , b^* .

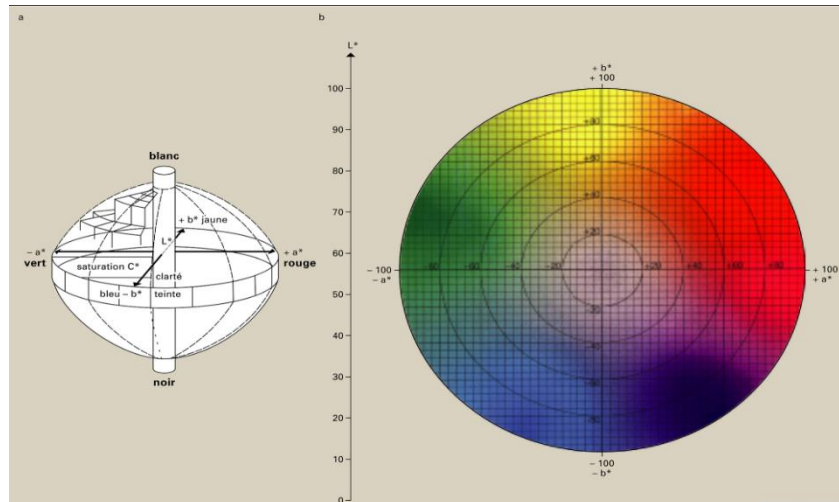


Figure 1-7 : Présentation graphique de l'espace colorimétrique CIELab

➤ Technologie matérielle : [3]

Le Chromamètre CR 410 est composé d'un ordinateur et d'une sonde de mesure pour solides et liquide opaques.

Equipé d'un écran LCD, la sonde de mesure est d'une ouverture de 50 mm, et elle se détache du ordinateur. Compact et léger, le ordinateur est doté d'une imprimante pour la traçabilité, il permet le paramétrage et un stockage de 2000 mesures.

Ce chromamètre de la série CR, intègre l'espaces colorimétrique $L^*a^*b^*$ et autres.

Le chromamètre Minolta CR 410 est un analyseur de couleur tristimulus. La tête de mesure est constituée d'une lampe à xénon pulsé qui fournit l'illumination qui va éclairer la surface de l'objet. La lumière réfléchié par l'objet est lue par six capteurs photoélectriques au silicium. Le ordinateur analyse les données qu'un processeur calcule dans l'espace couleur choisi avec un illuminant de D_{65} (standard de la CIE pour la lumière du jour).

L'espace L^*, a^*, b^* est un espace qui décorrèle la luminance et la chrominance L^*, a^*, b^* (CIELab), c'est-à-dire des valeurs proche de la perception de l'œil humain. Les informations données par l'appareil sont calculées par rapport à une couleur de référence ou étalon (carbonates de magnésium). Les résultats des mesures sont stockés automatiquement pendant la mesure et peuvent être imprimés instantanément ou ultérieurement.



Figure 1-8 : photo du chromamètre Konica Minolta cr-410.

1.11 Les paramètres influençant sur la blancheur :

- Le carbonate de calcium qui n'est autre que de la roche calcaire à haut titre en CaCO_3 est constitué essentiellement par 99.9% de SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 et de CaO .

Les observations statistiques porteront donc sur ces quatre éléments :

- Fe_2O_3 : généralement un élément de coloration (hématite) altération.
- SiO_2 , Al_2O_3 : sont des éléments d'abrasivité (quartz, corindon).
- CaO : élément dominant de la blancheur.

1.12 Les critères de blancheur selon l'utilisation du carbonate de calcium :

➤ Fabrication du papier

Les charges minérales permettent d'améliorer l'imprimabilité du papier et de réduire son coût de fabrication. Le carbonate de calcium pulvérisé est utilisé, dans la masse du papier, pour remplir les interstices entre les fibres de cellulose.

Il est également utilisé pour le couchage du papier, ce qui correspond au dépôt à la surface du papier d'un mélange de charges minérales, et d'eau. Globalement, la proportion de minéraux dans le papier varie de 15 à 30% et peut atteindre 40% dans des papiers de luxe.

Les spécifications recherchées sont :

	Charge	Couchage
Blancheur (sur produit sec)	85 à 95%	1,5 à 3%
Répartition granulométrique	86% < 2 μm 1% < 10 μm max	90 à 95% < 1 μm (la micrite) 0,7 μm moyenne (la sparite)

➤ Utilisation dans les plastiques et les caoutchoucs

La plupart des résines qui entrent dans la fabrication de ces produits ne sont pas utilisées à l'état pur, mais mélangées à d'autres matériaux, pour fabriquer des composés. Le carbonate de calcium permet d'améliorer la finition de surface, de bien contrôler la fabrication du produit et d'augmenter sa résistance électrique.

Les spécifications recherchées sont:

Blancheur (sur produit sec)	85 à 90%
Répartition granulométrique	99,5% < 44 μm (sparite)
	10% < 1 μm max (micrite)
	5 à 7 μm moyenne

➤ Les peintures

Le carbonate de calcium permet de réduire la proportion d'oxyde de titane nécessaire. Il entre, en moyenne pour 10 à 35% (exceptionnellement 50%), dans la composition des peintures à solvant et surtout des peintures à dispersion aqueuse.

Les qualités spécifiques des carbonates pour les peintures sont :

- leur faible pouvoir d'absorption d'huile, ce qui permet d'augmenter la proportion de charge ;
- la blancheur généralement élevée ;
- la facilité de dispersion des pigments apportée par la craie, qui se mélange aisément au blanc de titane.

Les spécifications recherchées sont:

Blancheur (sur produit sec)	85 à 95%
Répartition granulométrique	97% < 25 μm (sparite)
	20 à 50% < 2 μm (micrite)
	2 à 6 μm

Pour les peintures haut de gamme, les carbonates de calcium utilisés subissent un traitement de surface à l'acide stéarique, qui leur confère les qualités suivantes:

Blancheur (sur produit sec)	93 à 95%
Répartition granulométrique	90% < 2 μm (micrite)
	0,7 μm moyenne

Chapitre 2 : Enrichissement du mineral de carbonate de calcium

PARTIE 1 : Aspect minéralurgique

➤ Définition et objet :[4]

- La minéralurgie peut être considérée comme l'ensemble de procédés et de technique de préparation, de séparation et d'épuration des espèces minérales ou des éléments chimiques de valeur, à partir d'une matière brute, en vue d'obtenir un concentré utilisable industriellement. L'objet de la minéralurgie est de traiter les minéraux afin d'en extraire, dans des conditions économiques données et sur un site dont il conviendra de préserver l'environnement, des produits de consommation primaire utiles que l'on puisse vendre avec bénéfice.

2.1.1 Préparation mécanique (Fragmentation) du minerai [4]

2.1.1.1 Introduction

-La fragmentation des minerais est la première étape du processus de valorisation des substances de valeur dans les opérations de traitement des minerais. Divers aspects affectent les opérations de fragmentation, à savoir : la caractérisation du minerai (dureté et broyabilité) et des opérations unitaires (concassage, broyage et classification).

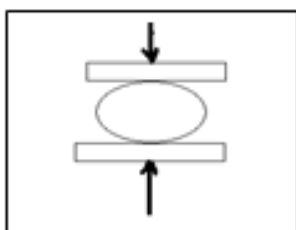
La fragmentation des minerais permet de libérer les substances de valeur, des substances sans valeur, soit la gangue et elles opèrent sous l'action d'un champ de contraintes tridimensionnelles non homogène généré par des forces en contact.

2.1.1.2 Le concassage :

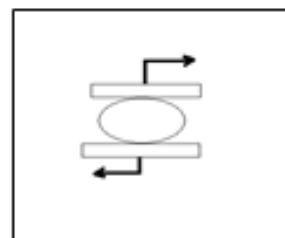
- Le concassage est une opération particulière dans l'ensemble des opérations de fragmentation. Il commence à un stade précoce de la réduction dimensionnelle, pour faciliter la manutention, l'homogénéisation et le stockage des matériaux. C'est une opération de réduction du tout-venant extrait de la mine ou de la carrière jusqu' à une dimension de l'ordre de quelques centimètres.

2.1.1.2.1 Modes de concassage :

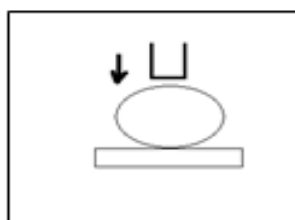
Pour réaliser le concassage on utilise des appareils de plusieurs types, dans lesquels les procédés vaincront les forces de cohésions des particules à l'intérieur des morceaux de minerai s'effectue par :



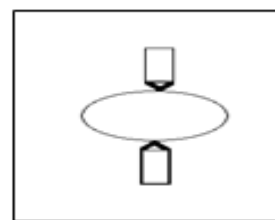
Ecrasement (Compression)



Trituration



Choc



Clivage

2.1.1.2.2 Le degré de concassage ou rapport de réduction ‘i’

-Le processus de concassage est caractérisé par le degré de concassage ou degré de réduction. C'est le rapport des dimensions du minerai avant et après le concassage. Ce rapport de réduction est une caractéristique du processus, indiquant, de combien de fois le produit concassé a été réduit.

- Le degré de concassage est déterminé à l'aide des formules suivantes :

$$i = D_{\max}/d_{\text{MAX}}$$

$$i = D_{80}/d_{80}$$

$$i = 0.85 B/S$$

D_{80} : est la dimension de tamis à travers laquelle passe 80% du produit initial.

d_{80} : est la dimension de tamis à travers laquelle passe 80% du produit concassé.

B : Largeur de couverture de chargement de concasseur.

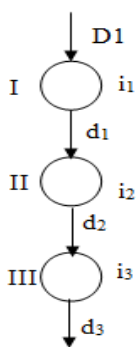
S : Le feutre de déchargement de concasseur.

Le concassage est effectué le plus souvent à plusieurs reprises, avec la séparation du produit fini, après chaque étage.

Selon les dimensions maximales des morceaux à concasser, on distingue les étages suivants :

1. Concassage grossier jusqu'à 400-150 mm.
2. Concassage intermédiaire jusqu'à 100-20 mm.
3. Concassage fin..... jusqu'à 20 – 5 mm.

Si nous avons plusieurs étages de concassage, dans ce cas le degré de concassage général est égal au produit algébrique des degrés de concassage de chaque étage de concassage.



$$\left[i_{\text{g}} = i_1 * i_2 * i_3 = \frac{D_1}{d_1} \cdot \frac{d_1}{d_2} \cdot \frac{d_2}{d_3} = \frac{D_1}{d_3} \right]$$

Afin de déterminer le nombre d'étages de concassage, il faut mettre I_g sous la forme de :

$$I_g = A^n$$

- Si A^n est compris entre 4 et 7 pour $n = 1$, il faut un seul étage
- Si A^n est compris entre 4 et 7 pour $n = 1/2$, il faut deux étages.

- Si A^n est compris entre 4 et 7 pour $n = 1/3$, il faut trois étages.

2.1.1.2.3 Types de concasseurs et leurs principes de fonctionnement

Les concasseurs sont classés d'après leur mode d'action qu'elles utilisent pour la fragmentation, à savoir : la compression, l'impact et l'attrition.

Dans les machines opérant par compression, les morceaux subissent une action d'écrasement soit répétée, comme c'est le cas dans les concasseurs à mâchoires ou giratoires, soit continue comme dans les concasseurs à cylindres.

Les concasseurs opérant par compression :

- Concasseurs à mâchoires
- Concasseurs giratoires
- Concasseurs à cylindres
- Concasseurs à rotors dentés

Dans les machines opérant par impact, les morceaux sont frappés violemment par un organe tournant à grande vitesse et projetés contre des enclumes, de façon à induire des fractures suivant les plans de clivage naturels de la roche.

Les concasseurs opérant par impact :

- Concasseurs à percussion à axe horizontal
- Concasseurs à percussion à axe vertical
- Concasseurs à cylindre de frappe

Dans les machines opérant par attrition, c'est essentiellement l'abrasion qui est mise en jeu; ces machines sont surtout utilisées pour la production du sable.

Les concasseurs opérant essentiellement par attrition :

- Trommels concasseurs en particulier.

2.1.1.2.4 Appareils opérant par écrasement (compression)

2.1.1.2.4.1 Concasseurs à mâchoires

➤ Principe de fonctionnement et description

Dans ces appareils, le matériau est écrasé entre deux mâchoires verticales, l'une mobile et l'autre fixe. Le passage du matériau à travers l'appareil se fait par gravité.

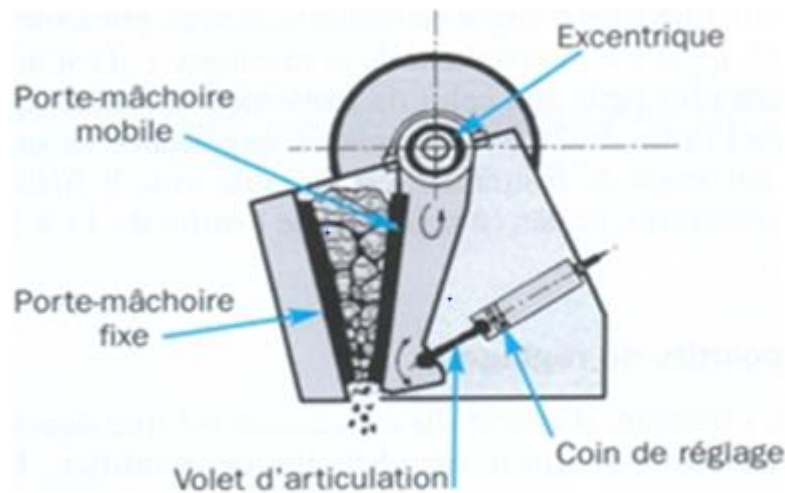


Figure 2-1: concasseur à mâchoire à simple effet

Les appareils à mâchoires sont essentiellement utilisés en concasseurs primaires dans les carrières de roches massives et dures ou dans les mines, soit en installations fixes, soit en installations mobiles et semi mobiles. Dans tous les cas, ils doivent être alimentés au moyen d'une trémie, d'un distributeur et éventuellement d'un crible pour court-circuiter les produits dont la dimension est inférieure au réglage.

2.1.1.2.4.2 Concasseurs giratoire

➤ Principe de fonctionnement et description

Le principe du concasseur giratoire est composé d'une surface concave et d'une tête conique. Le cône interne a un léger mouvement circulaire, mais ne tourne pas, le mouvement est généré par un excentrique. Comme avec le concasseur à mâchoires, le matériau chute entre les deux surfaces en étant progressivement écrasé jusqu'à ce que qu'il soit assez petit pour tomber dans l'espace entre les deux surfaces. Le concasseur giratoire est l'un des principaux types de concasseurs primaires dans les mines ou les usines de traitement du minerai. Les concasseurs giratoires sont désignés par leur taille, soit selon l'ouverture maximum et le diamètre inférieur du cône mobile, soit par la taille de l'ouverture de réception. Les concasseurs giratoires peuvent être utilisés pour le concassage primaire ou secondaire. Le concassage est causé par la fermeture de l'écart entre le cône mobile montée sur l'arbre centrale vertical est les doublures concaves (fixes) montées sur le châssis principal. Cet écart varie grâce à un excentrique sur la partie inférieure de l'arbre, qui entraîne l'arbre central vertical en rotation. L'arbre vertical est libre de tourner autour de son axe. Le concasseur est illustré d'un type court arbre de broche suspendue, ce qui signifie que l'axe principale est suspendue au sommet et que l'excentrique est monté au dessus de la couronne. La conception à arbre court a remplacé la conception à arbre long dans lequel l'excentrique est monté au dessous de la couronne.

2.1.1.2.4.3 Concasseurs à rotors dentés

➤ Principe de fonctionnement et description

Les Concasseurs à rotors dentés sont des appareils à double (ou triple) rotor munis de divers organes coupants, sont utilisés pour des matériaux tendres ou collants. Le principe se base sur l'utilisation des plans de fracture naturels pour fragmenter les matériaux à une taille prédéterminée.

Pour exécuter leur action de concassage, ces concasseurs utilisent de grandes dents implantées sur 2 rotors de diamètre relativement faible tournant en sens inverse qui effectuent la rupture en fragmentant le matériau lorsqu'il passe entre elles; la taille, le nombre et la forme des dents déterminent les dimensions du produit final. L'espace présent entre ces grandes dents permet aux matériaux les plus fins de passer à travers la machine sans autre dégradation. Les blocs par contre sont pris et broyés par les dents en rotation. Les concasseurs peuvent être utilisés en concassage primaire, secondaire et même tertiaire (réduction jusqu'à 25 mm).

2.1.1.3 Le criblage : [27] :

Les procédés de séparation d'un matériau composé de mélange mécanique des morceaux ou particules de différentes dimensions en classes de grosseur s'appellent criblage et classification. La différence entre ces deux procédés consiste en ce que le criblage est réalisé au moyen d'une surface tamisante et la classification utilise les poids des particules qui donnent des différentes vitesses de ces particules dans un milieu.

Ainsi, le criblage est une opération de classement dimensionnel de grains de matières, de formes et dimensions variées, par présentation de ces grains sur des surfaces perforées qui laissent passer les grains de dimensions inférieures aux dimension de la perforation, tandis que les grains de dimensions supérieures sont retenus et évacués séparément. Suivant le but de criblage on distingue les modes suivants:

- criblage indépendant destiné à l'obtention des produits marchands;
- criblage préalable (pre-criblage) employé pour la séparation d'un minerai avant le concassage pour ne pas charger les concasseurs par petits morceaux;
- le criblage préparatoire : généralement appliqué, quand on veut séparer les morceaux des minéraux, d'après des grosseurs définies en plusieurs classes pour un traitement ultérieur ;
- Le criblage sélectif : il a pour but le classement de minerai (minéraux utiles) par dimension des blocs concassés ;
- criblage d'égouttage employé à l'évacuation de l'eau des produits.
- Le criblage de contrôle : il est utilisé dans le cas, nécessitant la séparation du matériau concassé à des blocs de minerai plus grand que l'ouverture de déchargement.

Les mélanges de grains (ou dispersions) à cribler peuvent être soit d'origine naturelle (sables, graviers), soit obtenus par fragmentation mécanique.

2.1.1.3.1 Classification des cribles :

Les appareils destinés au criblage sont appelés cribles. La tâche essentielle de ces appareils est d'obtenir un mouvement relatif de la masse granuleuse par rapport à la surface tamisante. Ce mouvement doit donner à chacun des grains criblables le maximum de chances pour traverser des ouvertures tout en assurant le transport des grains non criblables vers le point d'évacuation. Les cribles peuvent être classés d'après:

- a- la dimension relative des grains et la maille du crible ;
- b- la vitesse du mouvement des grains sur la surface des tamis ;
- c- l'angle d'inclinaison du tamis ;
- d- l'influence de l'humidité sur la capacité de criblage.

2.1.1.4 Le broyage :

Le broyage consiste à la réduction des fragments obtenus au cours du concassage, au premier lieu en vue de la libération des grains des minéraux utiles et stériles constituant le minerai, ou

pour obtention des produits de la granulométrie nécessaire. Le broyage peut être effectué soit par voie humide, soit par voie sèche.

A l'échelle du laboratoire, Les broyeurs planétaires à billes mélangent et pulvérisent les matériaux tendres, mi-durs à particulièrement durs, cassants et fibreux et parviennent sans peine à des finesses finales à l'échelle du micromètre, dont le bol de broyage représente une « planète » placée sur une plateforme circulaire, la dite roue solaire. Chaque fois que la roue solaire tourne, le bol tourne autour de son axe de rotation, mais dans le sens contraire. Ce faisant, les forces centrifuges et de Coriolis qui entrent en jeu entraînent une accélération rapide des billes de broyage. La très grande énergie de broyage ainsi engendrée permet la réduction de la matière échantillon en particules ultrafines. L'énorme accélération des billes catapultées d'une paroi à l'autre du bol génère une force d'impact importante sur la matière de l'échantillon et suscite des effets de broyage additionnels par frottement. [27]

A l'échelle industrielle le broyage est réalisé dans des broyeurs à tambour tournant autour de l'axe longitudinal horizontal ou faiblement incliné. D'après le caractère et la forme des corps du milieu broyant on distingue les broyeurs à boulets, à barres, à galets, les broyeurs autogènes (ce que l'on appelle «auto-broyage» utilisait comme le milieu broyant les gros morceaux de minerai à broyer lui-même) etc. [20]

➤ **Principe de fonctionnement et régimes mécaniques des broyeurs à tambour :**

Le fonctionnement des broyeurs est complexe. Pendant la rotation du tambour à vitesse normale, les corps broyants (boulets, barres, etc.) grâce à la force centrifuge développée par cette rotation et au frottement contre les plaques d'usure couvrant les parois intérieures du tambour, montent, puis ils se détachent par leur poids et tombent au fond où ils recommencent leur course. Le travail de broyage se fait par le choc des corps broyants sur les morceaux du matériau à broyer à leur arrivée au fond et par écrasement avec la trituration pendant leur remontée. Le matériau à broyer et les produits de broyage sont transportés le long du tambour à cause de sa rotation et grâce à une faible inclinaison de son axe longitudinal par rapport au plan horizontal et par l'intermédiaire du milieu transportant: l'air pour le broyage par voie sèche, l'eau pour celui par voie humide.

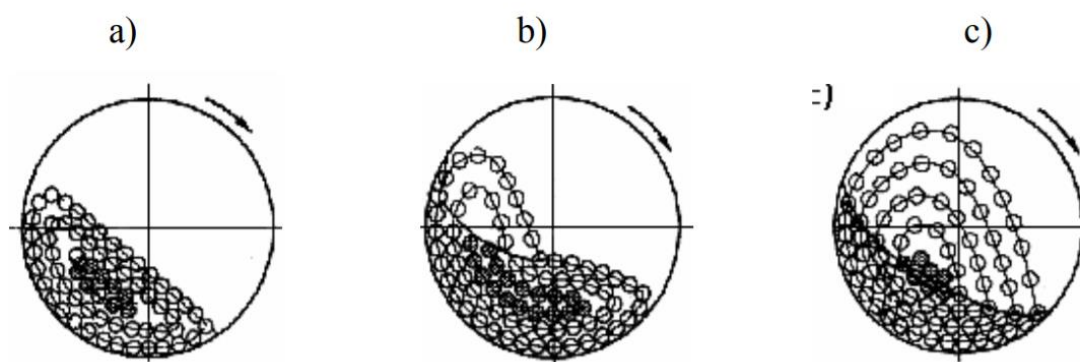


Figure 2-2 : a – à vitesse lente (marche dite «en cascade»); b - à vitesse intermédiaire (marche dite mixte);c - à vitesse normale (marche dite «en cataractes») .

2.1.1.4 L'analyse granulométrique: [31]

2.1.1.4.1 Définition :

On appelle granulats un ensemble de grains minéraux, de dimensions comprises entre 0 et 125 mm, de provenance naturelle ou artificielle, destinés à la confection :

- des mortiers, des bétons,
- des couches de fondation, des couches de base et de roulement des chaussées,
- et des assises et des ballasts de voies ferrées.

Les granulats sont appelés fillers, sablons, sables, gravillons, graves ou ballast suivant leurs dimensions.

- Les différentes classes granulaires :

Un granulat est caractérisé du point de vue granulaire par sa classe d/D. Le premier désigne le diamètre minimum des grains d et le deuxième le diamètre maximum D. Lorsque d est inférieur à 0.5 mm, le granulat est désigné 0/D. Si un seul chiffre est donné, c'est celui du diamètre maximum D exprimé en mm.

Il existe cinq classes granulaires principales caractérisées par les dimensions extrêmes d et D des granulats rencontrées (Norme NFP18-101):

- Les fines 0/D avec $D \leq 0,08$ mm.
- Les sables 0/D avec $D \leq 6,3$ mm.
- Les gravillons d/D avec $d \geq 2$ mm et $D \leq 31,5$ mm.
- Les cailloux d/D avec $d \geq 20$ mm et $D \leq 80$ mm,
- Les graves d/D avec $d \geq 6,3$ mm et $D \leq 80$ mm,

2.1.1.4.2 Analyse granulométrique par tamisage :

L'analyse granulométrique consiste à déterminer la distribution dimensionnelle des grains constituant un granulat dont les dimensions sont comprises entre 0,063 et 125 mm. On appelle:

- REFUS sur un tamis : la quantité de matériau qui est retenue sur le tamis,
- TAMISAT (ou passant) : la quantité de matériau qui passe à travers le tamis.

Le principe de fonctionnement consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis un matériau en plusieurs classes granulaires de tailles décroissantes. Les masses des différents refus et tamisats sont rapportées à la masse initiale du matériau. Les pourcentages ainsi obtenus sont exploités sous forme graphique. Les dimensions de mailles et le nombre de tamis sont choisis en fonction de la nature de l'échantillon et de la précision attendue. La norme actuelle (EN 933-2) préconise, pour l'analyse granulométrique, la série de tamis suivante en (mm): 0.063, 0.125, 0.25, 0.50, 1, 2, 4, 8, 16, 31.5, 63, 125.

2.1.1.4.3 Analyse granulométrique par diffraction laser :

La diffraction laser est largement employée comme technique granulométrique pour des matériaux allant de quelques centaines de nanomètres à plusieurs millimètres.

La diffraction laser est appliquée sur les particules des poudres de 0.02 μm à 2mm.

La granulométrie laser est basée sur le principe de la diffraction de lumière. Les particules en suspension (dans l'eau ou dans un courant d'air) diffractent la lumière émise par un faisceau laser. La répartition spatiale de cette lumière est en fonction de la taille des particules, elle est enregistrée par un ensemble de photodiodes, et la distribution granulométrique des particules est calculée sur la base d'un modèle sphérique équivalent en volume.

L'analyse de cette distribution permet de déterminer la proportion de chaque classe dimensionnelle.

Le granulomètre laser est sensible au volume des particules comme le tamis est sensible à la masse des particules. Le résultat en volume peut être directement transformé en masse par équivalence.

2.1.1.4.4 Comparaison de la granularité mesurée par tamisage et par diffusion laser :

-le granulomètre laser "voit" donc une population plus importante de fines particules que celle observée lors d'une opération de tamisage. Deux phénomènes peuvent rendre compte de cette observation :

- la forme des particules : le tamisage d'un échantillon composé de particules non sphériques conduit à une dispersion plus importante des fractions résultantes en raison des différentes orientations que peuvent prendre les particules sur un tamis; de plus, les calculs en granulométrie laser sont réalisés pour des particules sphériques, alors que les grains des fillers présentent plutôt un aspect allongé (spécialement dans la tranche 10-15 μm) ;

-Le tamisage ne permet pas l'élaboration de courbes de distribution granulométrique si la quantité d'échantillon est faible par contre la masse introduite dans la cellule de mesure du granulomètre à laser est très faible et similaire pour tous les fillers.

-l'analyse granulométrique par laser s'effectue dans un intervalle de temps court (1 min) par rapport à l'analyse granulométrique par tamisage, parce que les résultats sont enregistrés sur support informatique, ce qui diminue le temps de traitement.

-contrairement au tamisage, Les classes granulométriques pour la diffraction laser sont exprimées en % volumiques, et les distributions volumiques et pondérales sont identiques si la densité du matériau est homogène.

-L'analyse granulométrique par tamisage n'est pas sensible vis à vis à la détection des poudres fines d'ordre de 75 μm , les tamis sont plus précis en analysant les poudres qui ont des particules de grande taille, tandis que l'analyse par granulométrie laser donne des résultats précis pour des particules de taille d'ordre de 2 μm [27], le granulomètre laser voit donc une population plus importante de fine particules que celle observée lors d'une opération de tamisage.

-Il est prouvé expérimentalement et statistiquement que l'analyse granulométrique par laser nous donne une surestimation des résultats pour des poudres qui ont des particules de tailles d'ordre $> 800 \mu\text{m}$. [31]

2.1.2 La séparation magnétique : [2]

➤ Définition :

Tous les minéraux sont sensibles à l'action d'un champ magnétique, mais la plupart le sont trop peu pour que l'effet soit décelable. Cependant, si un minéral possède une susceptibilité magnétique assez marquée, cette propriété peut être exploitée pour le séparer d'autres minéraux, elle est alors utilisée pour épurer et filtrer des milieux contenant des impuretés métalliques particulières.

Sous l'effet d'un champ magnétique B, les corps vont réagir de différentes façons dépendamment s'ils sont : Diamagnétiques : la matière répond par un champ magnétique opposé à celui qui lui est appliqué, ce qui annule son effet. Paramagnétiques : une substance qui acquiert une aimantation de même sens que le champ magnétique dans lequel on la plonge, mais qui perd cette aimantation lorsqu'on la sort du champ. Ferromagnétiques : s'aimantent fortement sous l'effet d'un champ magnétique et ceci même après la disparition de ce dernier (effet de rémanence). La séparation magnétique permet alors de séparer ces

matériaux selon leur tendance à se magnétiser. Elle est basée sur la compétition entre les trois forces tractives magnétiques et les forces interparticulaires attractives.

Le concept de la séparation magnétique repose sur la différence de susceptibilité magnétique entre particules à traiter lorsque celles-ci sont soumises à un champ magnétique donné. En particulier, plus la susceptibilité magnétique d'une particule est faible, et plus l'intensité du champ magnétique à fournir est importante pour la séparer des particules non-magnétiques.

La séparation magnétique est accomplie par entraînement des matériaux susceptibles lors de leur passage à travers un champ magnétique. Ce dernier peut être produit à l'aide d'un aimant permanent ou d'un électroaimant. L'utilisation des électroaimants comporte plusieurs avantages dont la possibilité d'ajuster l'intensité du champ magnétique en variant l'intensité du courant électrique. De plus, le champ magnétique produit par les électroaimants peut atteindre une intensité plus élevée que l'intensité d'un champ engendré par des aimants permanents. La séparation des grosses particules denses requiert un champ magnétique plus intense que la séparation des petites particules légères. Il est essentiel de souligner que l'efficacité du procédé dépend du degré de libération ou de la pureté des matériaux à séparer. Il existe deux catégories d'équipements de séparation magnétique : les séparateurs à haute intensité et les séparateurs à basse intensité. Chaque catégorie peut être divisée en deux, soit les séparateurs humides et les séparateurs à sec. Les séparateurs à basse intensité sont utilisés pour séparer les matériaux ferromagnétiques et certains matériaux paramagnétiques hautement susceptibles. Les séparateurs à haute intensité séparent les matériaux diamagnétiques des autres matériaux à cause de sa capacité à attirer les éléments faiblement magnétiques et ça présentent des coûts d'achat et d'opération très élevés. En effet, la production d'un champ magnétique intense entraîne une consommation élevée d'électricité.

2.1.2.1 Séparateur magnétique :

Un séparateur magnétique est un appareil qui modifie les caractéristiques du champ magnétique dans l'espace de traitement. Il engendre en particulier un champ magnétique agissant de façon sélective sur les corps qui présentent différente aptitude à l'aimantation.

➤ Principe de fonctionnement :

Ce système dispose d'une bande transporteuse avec un rotor magnétique à une extrémité. Ce rotor, tournant très rapidement sur lui-même, génère un champ magnétique très puissant : lorsque les matériaux non magnétiques arrivent au voisinage du champ magnétique, ils tombent par gravité suivant la trajectoire normale dans un récipient de collecte , tandis que Les métaux ferreux sont attirés par le puissant champ magnétique et se détachent par l'intermédiaire d'une raclette, afin d'être ensuite récupérés .l'essai consiste à traiter les échantillons à différentes intensités de courant qui sont fixées successivement à 8 – 10– 12A. Le mode d'utilisation de cette machine consiste à être alimenté en minerai par le biais d'une trémie, laissant s'écouler le tout-venant sous forme de minces couches ; pour assurer une bonne séparation des grains magnétiques ; le poids de chaque prise d'essai est de 150g.



Figure2-3 : séparateur magnétique du laboratoire du département génie minier

2.1.2.2 Appareils utilisés :

➤ Différents types de séparateurs magnétiques :

- **Grilles magnétiques et barre magnétiques**

Ces séparateurs sont utilisés pour filtrer les contaminants ferreux tels que l'abrasion de l'acier, les copeaux, dans des fluides, des produits visqueux, des granulés et des matériaux en poudre.

- **Plaque magnétique**

Filtrer les contaminants ferreux tels que l'abrasion de l'acier, les copeaux, etc... des flux de matière sur des convoyeurs.

- **Convoyeur à poulie**

Même principe que pour les plaques magnétiques, sauf que la matière à distance tombe ensuite dans un récipient approprié en dehors de la zone magnétique.

Ce système est utilisé pour éviter d'endommager les équipements.

- **Tambour magnétique**

Les tambours magnétiques sont appropriés pour la séparation de particules ferromagnétiques ou paramagnétiques et faiblement magnétiques dans un flux de matériaux en vrac. Les tambours magnétiques trouvent leur application en particulier dans le domaine du recyclage et du traitement des déchets, de l'industrie du bois, alimentaire, du plastique, dans l'extraction et traitement de minéraux, la production industrielle de céramique et de verre etc.

- **Séparateur magnétique pour liquides**

Ce type de séparateur est utilisé pour décontaminer des liquides lors de la circulation.

2.1.2.3 Paramètres influençant sur la capture dans un séparateur magnétique :

Les performances de la séparation magnétique dépendent fortement des propriétés physiques des particules à séparer, de la qualité de champ magnétique appliqué et de l'état du matériau traité. En ce qui concerne les propriétés physiques des particules, il s'agit de leur taille et nature magnétique. Pour la qualité de champ, il s'agit de sa capacité à aimanter et séparer les

particules qui peuvent exister relativement loin de l'élément capteur. Dans la séparation magnétique en voie humide, l'influence de l'état du liquide traité sur la capture réside dans les contraintes hydrodynamiques appliquées sur les particules. Dans des cas de liquides en écoulement, ces contraintes limitent la capture et peuvent même empêcher complètement la capture. Ces constatations conduisent au fait que le choix d'une technique de séparation magnétique repose essentiellement sur la connaissance du comportement magnétique des particules et du comportement hydraulique du liquide traité. [20]

PARTIE 2 : Enrichissement par des agents de blanchiment : [20]

➤ **Définition :**

Le blanchiment est un processus chimique qui sert à blanchir des matériaux par le biais de l'action d'agents chimiques sur les éléments colorants un échantillon ayant un degré de blancheur de départ. Cela est réalisé à travers des réactions d'oxydation, de réduction et/ou de complexation.

2.2.1 Procédés de blanchiment :

Afin d'optimiser les conditions de blanchiment, il est nécessaire de connaître les principes fondamentaux de la chimie des agents de blanchiment qui sont soit oxydants (fonctionnent en brisant les liaisons doubles des chromophores). Cette opération modifie la molécule en une autre substance qui soit ne contient plus de chromophore, ou contient un chromophore qui n'absorbe pas la lumière visible) tel le peroxyde d'hydrogène et l'eau de javel, ou soit réducteur (fonctionne en convertissant les doubles liaisons des chromophores en liaisons simples. Ceci élimine la capacité du chromophore à absorber la lumière visible) tel l'hydrosulfite de sodium.

➤ **Le blanchiment en un seul stade :**

2.2.1.1. L'utilisation d'un agent oxydant :

➤ **L'eau de Javel (hydrochlorite de sodium)**

L'eau javel est une solution diluée d'hypochlorite de sodium, un composé chimique fortement oxydant de formule NaClO. Elle est un puissant oxydant, très économique. Elle est utilisée comme désinfectant et comme décolorant. L'ion actif dans le blanchiment à l'eau javel est Cl^- . L'eau de Javel est une solution basique, dont le pH varie proportionnellement avec la concentration.

La réaction de fabrication de l'eau de Javel (NaClO) à partir de dichlore et de soude (NaOH) est :



➤ **Le peroxyde d'hydrogène (H₂O₂)**

Le peroxyde d'hydrogène (eau oxygéné) d'une formule chimique H₂O₂, soluble en milieu alcalin, se présente sous la forme d'un liquide incolore. Il se décompose rapidement en milieu alcalin en présence de contaminants tels que les métaux ainsi qu'à forte température. Sa décomposition provoque une perte en peroxyde d'hydrogéné ainsi que la formation de radicaux libres qui attaquent l'échantillon. Le peroxyde d'hydrogène est connu plutôt comme

un agent de blanchiment à des températures d'environ 60°C.

En effet, en milieu alcalin :



L'anion perhydroxyl HOO^- est un excellent agent de blanchiment, il attaque les carbonyles :



L'application principale du peroxyde d'hydrogène est le blanchiment . En revanche il a peu d'effet sur la destruction des colorants contenant des liaisons $\text{C}=\text{C}$ ou des noyaux aromatiques.

- **Effet du pH, de la température et du temps de réaction :**

- Plus le pH est élevé, plus il y a formation d'anion perhydroxyl donc plus le blanchiment est efficace. Dans le traitement des papiers récupérés, il ne faut pas travailler au-delà de 11 points de pH.

- Plus la température est élevée, plus la réaction de blanchiment est rapide. Si cette température est trop importante, elle va également accélérer la décomposition du peroxyde et entraîner un jaunissement des pâtes. Toutefois, des études (Grundstrom, 1996) ont montré que des températures de l'ordre de 100°C améliorent sensiblement l'efficacité du blanchiment au peroxyde.

- La blancheur augmente avec le temps de réaction. Toutefois, des temps de réaction trop longs induisent une réversion de blancheur.

- Enfin, il est à noter qu'un accroissement de la quantité de peroxyde n'apporte aucun gain de blancheur supplémentaire à partir de 2% d'agent de blanchiment.

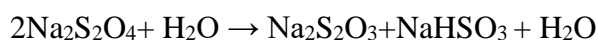
2.2.1.2 L'utilisation d'un agent reducteur:

L'hydrosulfite de sodium (dithionite) ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$)

L'hydrosulfite de sodium , défini par la formule chimique $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ est un agent de blanchiment réducteur des chromophores. La réaction de blanchiment à l'hydrosulfite de sodium a été attribué à la réduction des carbonyles et des azoïques qui seront moins coloré que les produits de départ.

Les ions actifs dans le blanchiment à l'hydrosulfite de sodium sont: $\text{S}_2\text{O}_4^{4-}$ et $\text{HS}_2\text{O}_4^{4-}$. Le produit toutefois est relativement instable et nécessite une attention particulière.

Les produits de décomposition de l'hydrosulfite de sodium sont le thiosulfate de sodium et le bisulfite de sodium.

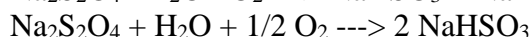
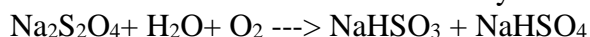


$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$:hydrosulfite de sodium

NaHSO_3 :bisulfite de sodium

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$: thiosulfate de sodium

Au contact de l'oxygène l'hydrosulfite de sodium s'oxyde en bisulfite de sodium et en bisulfate de sodium. Cette réaction oxydante s'effectue rapidement.



Il y' a un inconvénient quant à l'utilisation de l'hydrosulfite de sodium, ce dernier provoque une réversion de blancheur plus rapidement que les autres agents de blanchiment.

L'hydrosulfite de sodium est connu pour son efficacité en matière de retrait de la couleur et de nombreux colorants. La plupart des colorants acides peuvent être décolorés de façon permanente par l'hydrosulfite de sodium car il hydrolyse leurs groupements chromophores de

façon permanente. La plupart des colorants basiques quant à eux peuvent être temporairement décolorés.

L'hydrosulfite de sodium est souvent utilisé en combinaison avec un agent oxydant car certains colorants, non réactifs aux produits chimiques oxydants, peuvent réagir avec des agents réducteurs. Ce blanchiment s'effectue à une température de 60°C.

Le blanchiment est plus efficace dans des conditions d'anaérobie. Une atmosphère saturée en azote est théoriquement la meilleure condition pour le blanchiment à l'hydrosulfite de sodium.

L'efficacité de ce blanchiment est d'autant plus grande à haute température (80-100°C), à moyenne ou haute concentration et sous pH neutre ou légèrement alcalin (7-8). Quand la température et la concentration sont élevées, la réaction complète a lieu dans un temps court.

Dans l'industrie, l'hydrosulfite de sodium est introduit dans une pompe à moyenne concentration puis la pâte est envoyée dans une tour de blanchiment ascendante pendant 30 minutes.

2.2.1.3 Blanchiment par un agent chélatant :

L'utilisation d'un agent chélatant :

La présente invention implique un procédé pour réduire la teneur en fer du carbonate de calcium. Le fer dans le carbonate de calcium est extrait en traitant une suspension aqueuse de carbonate de calcium avec un agent chélatant du fer tout en chauffant et en agitant la suspension. Le fer extrait est ensuite séparé du carbonate de calcium par filtration. Le procédé de purification de la présente invention peut être utilisé pour réduire la teneur en fer de tout produit calcaire.

Les agents chélatants du fer utiles dans le procédé de la présente invention peuvent être n'importe quel matériau capable de complexer le fer. Les agents chélatants particulièrement utiles dans le procédé de la présente invention sont choisis dans le groupe comprenant l'acide nitrilotriacétique (H₃ NTA), l'acide éthylènediaminetétraacétique (H₄ EDTA), l'acide diéthylènetriaminepentaacétique (H₅ DPTA) et l'acide hydroxyéthyléthylènediaminetriacétique (H₃ HEDTA) et leurs sels. L'agent chélatant préféré est l'acide éthylènediaminetétraacétique (EDTA) et tout sel de celui-ci. Le carbonate de calcium contenant du fer est traité avec environ 0,01% à environ 10% d'agent chélatant. Lorsque l'agent chélatant est l'EDTA, le taux de traitement préféré est d'environ 0,1% en poids à environ 1,0% en poids sur la base du poids du carbonate de calcium présent, en fonction de la quantité de fer présente dans le carbonate de calcium.

La suspension de carbonate de calcium et l'agent chélatant sont chauffés dans une plage de température élevée d'environ 20° à environ 100 °C. La plage de température préférée va d'environ 40 degrés à environ 60 °C. La suspension est agitée, filtrée, lavée et séchée. On pense qu'en utilisant un agent chélatant du fer, tout en contrôlant la température et le pH, favorise la dissolution du fer dans le carbonate de calcium. Le fer dissous est complexé par l'agent chélatant. Lorsque le fer est dissous en abaissant le pH et en élevant la température, il est complexé par l'agent chélatant et déplace l'équilibre vers la solubilisation de plus de fer. De plus, le pH plus bas fournit une formation constante plus élevée entre le fer et l'agent chélatant et améliore l'équilibre global vis-à-vis de la solubilisation du fer.

➤ Le blanchiment multistade :

Les premières études sur le blanchiment multistade des carbonates de calcium utilisant des combinaisons de peroxyde et d'hydrosulfite de sodium remontent à une trentaine d'années. Richardson compara les blanchiments à l'hydrosulfite de sodium ainsi qu'au peroxyde d'hydrogène en 1 stade à des séquences en 2 stades utilisant successivement des agents oxydants et réducteurs, Le peroxyde-hydrosulfite (PY), hydrosulfite-peroxyde (YP) et

hydrosulfite-peroxyde-hydrosulfite (YPY). Les résultats ont montré les bénéfices d'un blanchiment séquentiel par rapport au blanchiment au peroxyde en 1 stade au niveau des coûts de blanchiment impliqués pour obtenir une blancheur finale donnée. Utilisant les coûts des agents de blanchiment de l'époque, il fut démontré que la séquence peroxyde-hydrosulfite (PY) était la plus économique. Des coûts additionnels de 13.7% étaient obtenus pour la séquence hydrosulfite-peroxyde (YP) et de 34.7% pour le blanchiment au peroxyde en 1 stade (P). Pour la séquence hydrosulfite-peroxyde-hydrosulfite (YPY), il fut démontré que des réductions de 39.7% étaient possibles par rapport au blanchiment en 1 seul stade au peroxyde. Smedberg et Stalter comparèrent aussi les séquences de blanchiment peroxyde-hydrosulfite (PY) et hydrosulfite-peroxyde (YP). Bien que l'une ou l'autre des séquences donna des blancheurs finales équivalentes, ces derniers favorisèrent la séquence peroxyde-hydrosulfite (PY) à cause des coûts inférieurs en capitalisation d'équipement et des blancheurs plus élevées obtenues après le premier stade de blanchiment. Barton a également étudié les séquences de blanchiment en deux stades combinant le peroxyde et l'hydrosulfite. Il fut conclu que la séquence peroxyde hydrosulfite (PY) était supérieure à l'inverse à cause des gains de blancheur obtenus.

Dans les années qui ont suivi, les différentes recherches entreprises au niveau du blanchiment des pâtes ont démontré le potentiel intéressant du peroxyde d'hydrogène. Les conditions de blanchiment des pâtes furent optimisées en fonction de la consistance, la température et le temps de rétention.

Les travaux effectués dans les années qui ont suivi ont permis de mettre au point la technologie du blanchiment au peroxyde d'hydrogène. Moldenius a d'abord étudié les paramètres importants du blanchiment au peroxyde d'hydrogène de façon à bien optimiser le procédé. Par la suite, Moldenius, Koponen, Viljakainen et Edwards ont développé un modèle mathématique utilisant les travaux de Moldenius qui permet de simuler le blanchiment d'une pâte au peroxyde d'hydrogène en un ou deux stades. Ce nouvel outil donne maintenant la possibilité de réduire les coûts de blanchiment en milieu industriel. Lachenal, Bourson et Lachapelle ont également effectué des travaux sur le blanchiment d'une pâte avec le peroxyde d'hydrogène. Il fut démontré à l'aide d'une analyse graphique des résultats que des blancheurs de 80 à 82% ISO pouvaient être obtenues en un ou deux stades en optimisant les charges de peroxyde d'hydrogène et d'hydrosulfite de sodium.

L'utilisation d'un agent réducteur dans le blanchiment multistade avec le peroxyde d'hydrogène a provoqué récemment un grand intérêt dans l'industrie. Le procédé de combinaison d'agents réducteur et oxydant a été breveté par Tibbling à séquence peroxyde-peroxyde- hydrosulfite (PPY). L'on rapporte que cette dernière permet d'atteindre des blancheurs de 83.5% ISO pour une pâte, comparativement à une blancheur de 78.7% ISO pour la séquence peroxyde-hydrosulfite. (PY) discutée précédemment.

Partie pratique

Chapitre 3 : Cadre géographique et géologique du gisement

3.1 Cadre géologique [28]:

Le gisement de COSIDER d'EL KHROUB est situé à « DJEBEL EL Madjene ».

Les terrains géologiques du site de Djebel El Madjene sont constitués de calcaire compact, similaire à ceux de M'Zaret El Maize, dont la résistance mécanique pourra répondre favorablement aux attentes de COSIDER-carrières pour la production des matériaux des granulats. Les essais physico-mécaniques ont montré des pourcentages très satisfaisants, avoisinant ceux exigés par les normes standards du marché industriel et de bâtiment et travaux publics.

3.2 Localisation et situation géographique du gisement

Le site de Djebel El MADJENE est administrativement rattaché à la :

Commune : Ouled Rahmoune,

Daïra : Aïn Abid,

Wilaya : Constantine.

Selon la carte topographique d'El Khroub, carte N° 3-4 à l'échelle de 1/25 000. Le site de Djebel El MADJENE dont la superficie est de 130 ha, est scindé en 2 secteurs, délimité par deux polygones à huit côtés et 10 côtés.

3.3 Réseau hydrographique, géomorphologie et végétation

Le relief de la région est partiellement accidenté. Le drainage de la région se fait par l'Oued Mehahrir de direction Est-Ouest. Le terrain, dans sa majeure partie est dénudé, sans végétation. L'ensemble de la région est fortement vallonné, parcouru par un réseau hydrographique relativement dense articulé autour de l'Oued Mehahrir.

3.4 climat

Il est de type continental, caractérisé par un été chaud et sec, un hiver froid et pluvieux. L'apport annuel des précipitations est en moyenne de 600 à 650 mm. Les vents dominants sont généralement de direction SE-NW.

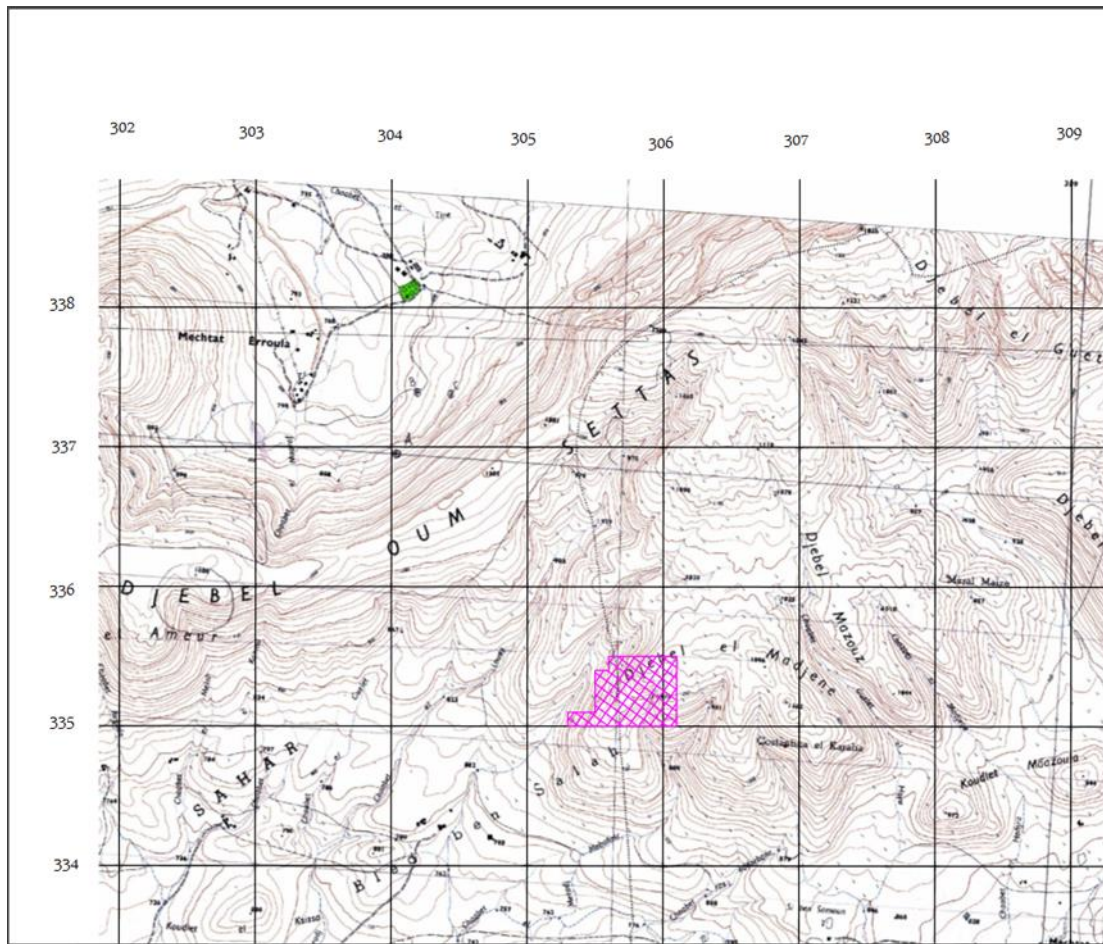


Figure 3-1: Situation de Djebel El Madjene (extrait de la carte topographique d'El Khroub N° 3 - 4 au 1/ 25 000)

3.5 cadre géologique de gisement

➤ Géologie régionale

Le gisement d'El-Khroub se situe à 30 km de la wilaya de Constantine et à 10 km de la Daïra d'El-Khroub, il fait partie de la zone industrielle de Bounouara .

Les formations géologiques du gisement sont d'un âge du Crétacé moyen, représentées par des bancs de calcaires néritiques d'âges Aptien (C_{I-II}), Cénomaniens (C⁵⁻⁴) et Turonien (C⁶) appartenant à une terminaison périclinale très fracturée et altérée. Ce massif calcaire présente deux lignes de sites orientées NNE-SSW, qui se joignent au Nord, Celles-ci sont séparées par un talweg qui est limité par des oueds. La genèse du gisement de calcaire d'El-Khroub revient aux faciès marins du crétacé moyen. Cela est confirmé par la présence des fossiles. La structure microcristalline d'une partie des calcaires témoigne du dynamo- métamorphisme que l' assise carbonatée avait subi.

Les séries néritiques constantinoises sont subdivisées en trois groupes :

- 1- Les massifs du groupe Nord oriental.
- 2- les massifs du groupe central.
- 3- Les massifs du groupe méridional.

Le Djebel Oum Settas (*Sur la moitié Nord-Est de la carte*) fait partie du groupe central de cette série néritique constantinoise. Ainsi, les massifs du groupe central apparaissent à la faveur de deux types de structures :

- Des bombements tardifs qui déforment leur contact supérieur avec les nappes telliennes.
- Des failles sub-verticales qui recourent ces contacts.

Le gisement d'El-Khroub est situé sur une terminaison périclinale de l'aile Sud-Ouest de la grande structure anticlinale du Djebel Oum Settas, orientée globalement NE -SO.

Les pendages des couches varient de 25° à 30° vers le Sud et le Sud-Ouest et une direction allant de N120 à N140.

Le revers Sud-est du massif calcaire d'Oum Settas est formé de champs de Lapiés du cénomanien, plongeant sous le Néogène du bassin d'Aïn Abid. La profondeur des vallées dépasse à peine 50 m.

Au Sud du bassin d'Aïn Abid, les hautes collines, formées surtout par l'Eocène, montent jusqu'à 1167 m. Selon la carte géologique d'Aïn fakroun, l'extrême Sud de la carte représente la marge du massif calcaire Fortass-Guerioun, qui s'étend vers le Sud.

Au Sud du Khroub, l'Oued Bou Merzoug reçoit à l'Est, l'Oued berda, dont le bassin versant comprend la majeure partie du bassin d'Aïn Abid.

La zone d'étude fait partie de la région de Constantine, appartenant à un domaine plissé de l'Atlas Tellien. Il est associé à la zone des hauts plateaux Constantinois entre les roches carbonatées, les calcaires occupent une place essentielle dans la coupe des dépôts, participant dans la composition géologique de la région. Ils se rencontrent dans les dépôts jurassique, crétacé, éocène et néogènes. Ils sont représentés par certaines variétés, dont les calcaires cristallins purs, variétés dolomitisées, siliceuses, phosphatées et bituminées. Les calcaires sont en général d'origine marine, à l'exception des calcaires du pliocène, qui sont de type lagunaire. Les calcaires rapportés au Cénomanien constituent de grands massifs (Felten, Sekoum, ouled Sellam, Groum, Oum-Settas...). Ce sont des calcaires de composition chimique relativement purs, cristallins, compacts, encaissant souvent des bancs de dolomies, ayant un intérêt pratique (*production de carbonate de calcium, chlorure de chaux, granulats, sables de carrière*).

3.6 stratigraphie

La nappe néritique constantinoise correspond à l'essentiel des reliefs calcaires de la carte de Constantine à 1/200 000. Les affleurements les plus importants correspondent aux Dj. Grouz, Friktia, Garnchouf, Zouaoui, Felten, Oum Settas, Mazela et Djaffa, aux reliefs isolés de la plaine de Teleghma, aux monts d'Aïn M'lila, avec à l'ouest, l'ensemble Galate Oued Sellam, Nif N'ser et à l'Est, l'ensemble Guérioune Fortas. La série néritique surmonte les calcaires sub-récifaux et marno-calcaires albiens.

➤ Miocène à Argiles en blocs

De rares affleurements de marnes jaunes à microfaunes remaniées, reposent stratigraphiquement sur la série néritique Constantinoise au Sud du Djebel Fortas.

➤ Sénonien transgressif

Les affleurements septentrionaux de la nappe néritique Constantinoise possèdent une ouverture Sénonienne transgressive. La plus diversifiée existe au rocher de Constantine. Le Sénonien débute par une discordance de ravinement et des niveaux d'allure microbréchtique ayant, 20m de calcaires noires, micritiques à silex noir.

➤ **Turonien**

Le Turonien est présent au sommet du rocher de Constantine, mais ne peut être séparé cartographiquement du Cénomaniens supérieur. Il est bien individualisé au niveau de Djebel Oum Settas. Ce sont des calcaires rubanés à rudistes, d'une épaisseur de 180m.

Il est représenté par des calcaires récifaux blanchâtres et calcaires à débris très cristallins, parfois oolithiques (250m). Des rudistes en place forment des tables et trottoirs.

➤ **Cénomaniens**

Le Cénomaniens calcaire est connu dans les Djebel Grouz, Felten, Zouaoui, Frikitia, Karkara, Oum Settas, Mazela et Djaffa. Cette formation atteignant 250 à 700m d'épaisseur, débute par des calcaires massifs à rudistes, cristallins blanchâtres. L'ensemble de la série ne dépasse pas la centaine de mètres.

➤ **Albien-vraconien**

L'albien correspond à la seule rive visible de la série et ses niveaux marneux sont généralement encroûtés. Seuls sont observés des bancs de calcaires noirs grumeleux à rognons. Ce sont surtout des calcaires à bélemnites et rudistes. Ces couches se terminent par un niveau conglomératique, à élément calcaire et à gangue marneuse.

L'ensemble de la série ne dépasse pas la centaine de mètres.

➤ **Aptien**

L'Aptien débute en général par 50m de calcaires massifs en gros bancs qui ont été rencontrés, notamment, aux Djebel Oum Settas et Frikitia. C'est une association caractéristique du Bedoulien.

Au-dessus, la série se poursuit par 100 à 200m de calcaires micritiques noires, très riches en miliolites, calcaires cristallins et calcaires à grains fins, avec des algues calcaires, des coraux, huitres et débris de rudistes.

➤ **Barrémien**

Au Djebel Karkara, le Barrémien fait suite en continuité aux calcaires à silex d'âge Hauterivien et correspond à une puissante série calcaro-dolomitique de 250 à 300m.

Au Djebel Oum Settas, affleurent des calcaires à débris et à oolithes avec orbitolina conoida (dépassant 40m).

➤ **Hauterivien**

A l'extrémité Nord-Ouest du Djebel Oum Settas, affleurent des calcaires et marnes, attribués à l'hauterivien. Au sommet, s'observent des marnes schisteuses noirâtres et gris-verdâtres (22m), terminés par un mince niveau de marnes concessionnaires à fossiles. Les marnes contiennent des oursins et une faune de foraminifères rares.

Au-dessous, viennent des calcaires compacts gris foncé en bancs épais, à intercalations de calcaires à débris d'organismes (40m), séparés des calcaires sous-jacents par une mince couche marneuse verdâtre. A la base de l'étage, existent des calcaires compacts lités en bancs épais, gris foncés avec quelques intercalations plus marneuses.

➤ **Valanginien**

A l'extrémité Nord-Ouest du Djebel Oum Settas, des calcaires compacts gris clair, parfois versicolores, en bancs de 25 à 45cm, attribués au Valanginien (15m)

➤ **Néocomien carbonaté**

Au Djebel Frikitia et Karkara, le Néocomien débute au-dessus d'un hard-ground par des niveaux à Calpionelles de la limite des Berriasien-Valanginien.

L'épaisseur de ces niveaux ne dépasse pas 50m. Ce sont des calcaires fins et des marnes roses ou jaunâtres à Ammonites.

Le Néocomien se poursuit par 150m de calcaires à silex aux Djebel Guerrioun et Fortas. Le Néocomien est carbonaté (250-300m) à alternance calcaro-dolomitique.

➤ **Jurassique supérieur carbonaté**

Le Jurassique supérieur existe au lieu-dit Karkara. Il s'agit de dolomies noires surmontées par une barre de 90 à 100m de calcaires massifs.

➤ **Trias calcaro-dolomitique**

Le Trias affleure en plusieurs pointements dans différents endroits de la région selon la carte.

Le Trias jalonne de nombreux contacts anormaux entre diverses unités Telliennes, absent à la limite entre les unités les plus basses et la nappe néritique Constantinoise.

3.7 Tectonique

La région présente une tectonique chaotique

La région se situe dans une zone où viennent fusionner deux domaines :

- Celui des chaînes telliennes,
- et des hautes plaines constantinoises.

Le domaine tellien est caractérisé par une tectonique de couverture (sédiments marneux formés en mer profonde, sur un socle profond. La direction des plis est E-W).

Le domaine des hautes plaines est marqué par une tectonique de revêtement (sédiments néritiques moins épais que dans l'Atlas tellien et saharien, plis rigides, simples avec de grandes fractures verticales de direction SW-NE, comme dans l'Atlas saharien).

Dans la région structurale constantinoise, on distingue :

- Une tectonique des terrains anté-miocène (phase pyrénéenne) ;
- Une tectonique des terrains du Miocène (phases alpine). La partie septentrionale de la carte est dominée par l'anticlinal d'Oum Settas, dont le noyau Néocomien affleure à l'extrémité NW, en contact par failles avec le Mio-Pliocène.

3.8 Géologie locale

Les coordonnées du périmètre du gisement d'El Khroub COSIDER s'étendant sur une superficie de 31 ha et sont mentionnés sur le tableau ci-dessous :

Tableau 3-1 : Coordonnées du périmètre en UTM (Zone 32) de N°7191PEC.

N°	X (m)	Y (m)
1	305 600	4013 500
2	306 100	4013 500
3	306 100	4013 000
4	305 300	4013 000
5	305 300	4013 100
6	305 500	4013 100
7	305 500	4013 400
8	305 600	4013 400

Le site de Djebel El Madjene, constitue le prolongement vers l'Ouest de M'Zaret El Maize. Le massif de Djebel El Madjene est constitué par des formations du Crétacé supérieur, représentées par le Cénomaniens et le Turonien.

La base du Cénomaniens est formée par des lits de calcaires bien lités, parfois de teinte brunâtre à grains fins, alternant avec des couches marneuses. Les marnes disparaissent plus haut dans la série. Les calcaires deviennent plus épais et les couleurs plus claires. Les calcaires sont compacts, durs, solides, de morphologie massive. L'épaisseur apparente de la couche est de 60 m. Cette formation se poursuit vers l'Ouest. Tandis que celle du Turonien est représentée par des calcaires récifaux et calcaires à débris très cristallins, parfois oolithiques.

La limite stratigraphique avec le turonien calcaire a pu être déterminée à l'aide de rudistes en un point seulement dans l'oued Guenguit, au centre du Djebel Oum Settas. Au Djebel Mazela, le cénomaniens est représenté par des calcaires identiques, mais lités, avec les mêmes fossiles (approximativement 250m).

Près de la bordure méridionale de la carte d'El Khroub, le cénomaniens est représenté par des calcaires lités à huitres, algues calcaires, coraux et *orbitolina lenticularis* (100m). Ce sont des calcaires compacts, gris ou des microbrèches à Miliolites.

Dans la partie supérieure de cet étage, on trouve une intercalation marneuse fossilifère à *Alectryonia rectangularis*, *pecten* sp. , gastéropodes de grande taille et huîtres.

Au Djebel Mazela et près d'Aïn Hadjar, le Vraconien-Albien est constitué de marnes et marno-calcaires glauconieux, légèrement phosphatés (25m), fossilifères au sommet. Ces couches sont terminées par un mince niveau conglomératique, à éléments calcaires et gangue marneuse. Le Vraconien-Albien est représenté au Djebel settas par une intercalation marneuse d'environ 1,50m.

Dans la partie Ouest de Dj. Oum Settas, et au Dj. Mazela, l'Aptien comprend des calcaires fins à miliolites, des marno-calcaires et marnes verdâtres à *Orbitolina discoidea-Conoidea*, de grandes huîtres plates, Bryozoaires, algues et coraux, *Terebratula* sp. et *Rhynchonella* sp. (Approximativement 300m).

Dans la partie Sud de la carte, l'Aptien est représenté par la série suivante : au sommet, des marnes et marno-calcaires, avec des niveaux à oolithes ferrugineuses et orbitolines très

nombreuses (20m). En dessous, apparaissent des calcaires à microbrèches, calcaires à miliolites, calcaires cristallins et calcaires à grains fins, avec des algues calcaires, coraux, huîtres et rudistes. A l'extrémité Nord-Ouest de Djebel Oum Settas, affleurent des calcaires à débris et oolithes, à *Orbitolina conoida* (dépassant 40m)

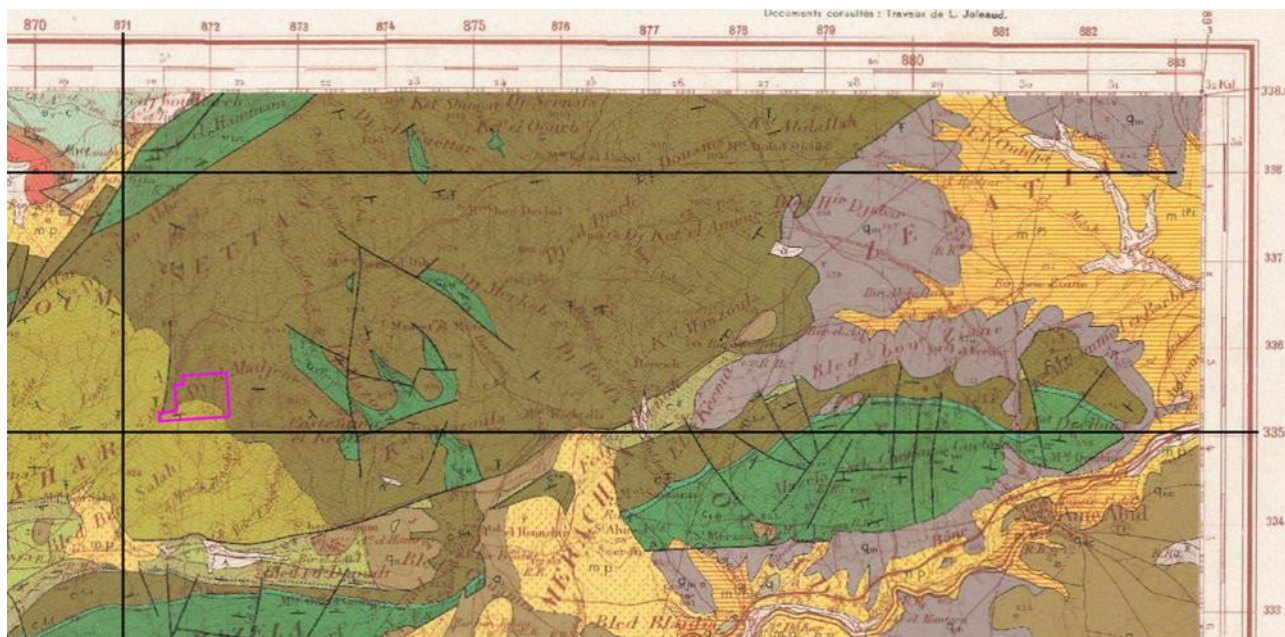


Figure 3.2- Situation de Djebel El Madjene

(Extrait de la carte géologique de LE Khroub feuille N° 97 - B6 / C27 au 1/50 000)

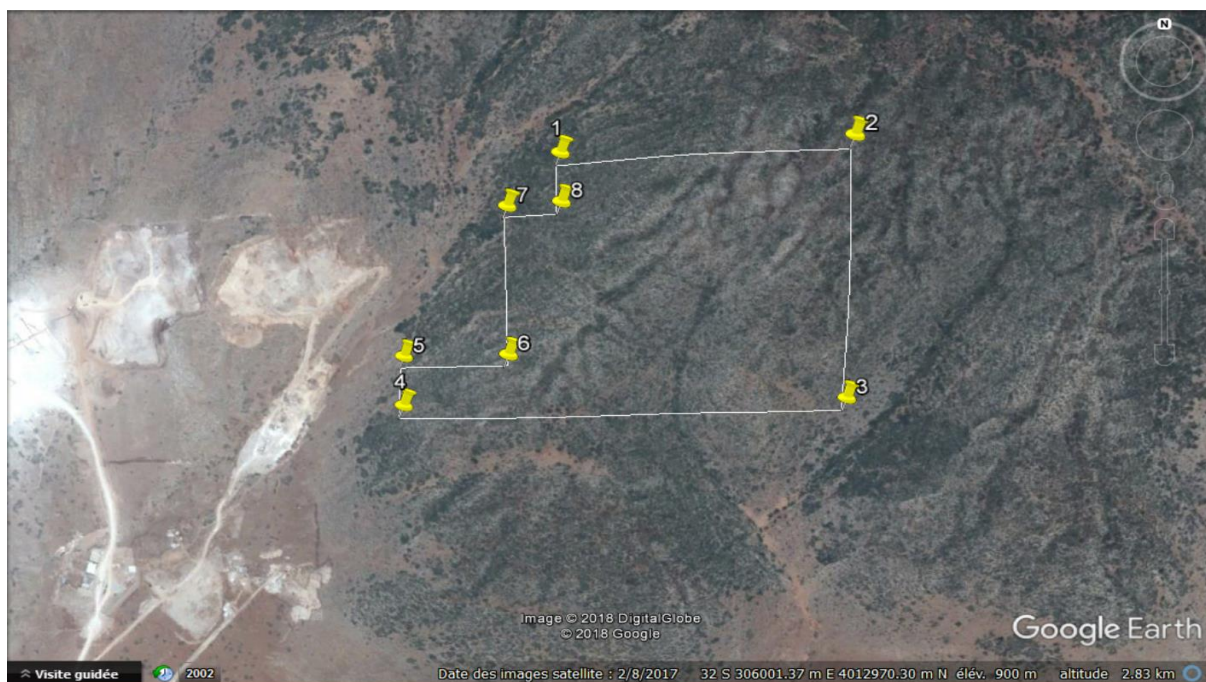


Figure 3-3 : Périmètre du gisement de COSIDER

Chapitre 4 : Identification du minerai de Carbonate de Calcium

4.1 Préparation mécanique :

4.1.1 Introduction :

Cette partie consiste à préparer le tout-venant ramené des différents endroits de la carrière de COSIDER, en commençant par le concassage, l'échantillonnage, l'analyse granulométrique pour arriver au broyage.

4.1.2 Prélèvement des échantillons :

Nous avons échantillonné de façon à couvrir toute la surface du site. Les échantillons récoltés sont issus des roches les moins altérées, sans cassures ni fractures pouvant permettre la circulation des solutions d'éléments étrangers à la roche. Par la suite, les échantillons sont mis dans des sachets, puis numérotés de telle sorte à pouvoir identifier facilement la zone et l'endroit de leur provenance. Enfin, il faut positionner les coordonnées des échantillons sur une carte représentative. A la fin, nous avons pu collecté un tout-venant d'un poids total d'environ de 15 kg.

4.1.3 Préparation mécanique des échantillons :

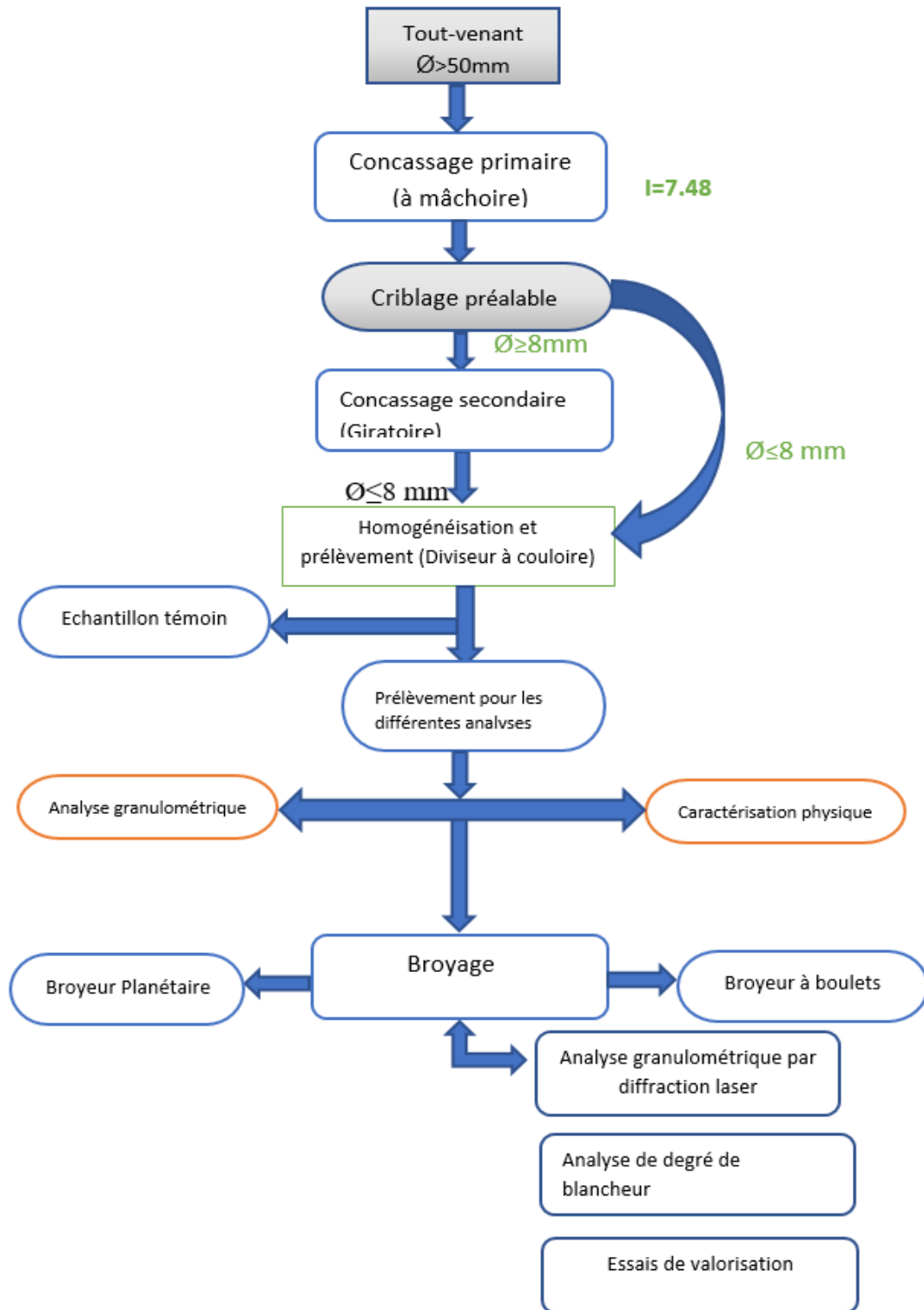


Figure 4-1 : Schéma Technologique du traitement mécanique des échantillons CaCO₃ de COSIDER

4.1.4 Echantillonnage :

L'échantillonnage est l'opération qui permet d'obtenir plusieurs échantillons représentatifs à partir d'un seul échantillon primaire en le divisant suivant des procédures bien précises ou bien en utilisant des machines conçues spécialement pour ça .

Cette étape est très importante dans une opération de valorisation, car c'est à partir de la qu'on peut juger la fiabilité des résultats. Il s'agit d'une phase décisive du travail, car seul le bon échantillonnage assure la représentativité de l'échantillon et donc la conservation des propriétés initiales du tout-venant, cette opération peut être réaliser par plusieurs dispositifs, parmi lesquelles : l'échantillonnage par diviseur à couloir.

Le diviseur à couloir :

C'est un instrument qui divise une quantité d'un matériau donné (sec ou légèrement humide) en deux parties égales et homogènes. Une partie fera l'objet des analyses et diverses manipulations nécessaires, l'autre constituera un échantillon témoin.

La largeur des couloirs doit être supérieure à $2D$, où D est la dimension maximale des éléments. Le diviseur que nous avons utilisé au laboratoire a une ouverture de 25mm.

On verse l'échantillon en veillant à répartir la quantité bien au centre et sur toute la largeur du diviseur. Si la quantité est trop importante, on réitère l'opération jusqu'à obtention d'une grandeur de prise d'essai nécessaire.



Figure 4-2 : Diviseur à couloir du laboratoire de génie minier de l'ENP

4.1.5 Analyse granulométrique : (Annexe 1)

4.1.5.1 Par tamisage : [3]

L'essai consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis un matériau en plusieurs classes granulaires de taille normalisées et décroissantes. Les dimensions de mailles et le nombre des tamis sont choisis en fonction de la taille de l'échantillon et de la précision attendue. Les masses des différents refus ou celles des différents tamisats sont rapportées à la masse initiale de matériau, les pourcentages ainsi obtenus sont exploités, soit sous leur forme numérique, soit sous une forme graphique (courbe granulométrique).

➤ **Résultats et interprétation :**

Nous avons effectué, après chaque tamisage, une pesée du refus de chaque tamis, chaque pesée correspond à la masse d'une classe granulométrique. Les résultats obtenus sont représentés dans les tableaux et les graphes suivants :

- **Echantillon Aa1 :**

Tableau 4-1 : Résultats des analyses granulométriques (Echantillon Aa1).

Diamètre(mm)	Refus(g)	Refus cumulé (g)	Refus cumulés (%)	Tamisat cumulé (%)
10	0	0	0,00%	100,00%
8	45	45	2,45%	97,55%
4	799	844	46,02%	53,98%
2	404	1248	68,05%	31,95%
1	215	1463	79,77%	20,23%
0,5	121	1584	86,37%	13,63%
0,25	103	1687	91,98%	8,02%
0,125	66	1753	95,58%	4,42%
0,063	67	1820	99,24%	0,76%
0,001	14	1834	100,00%	0,00%

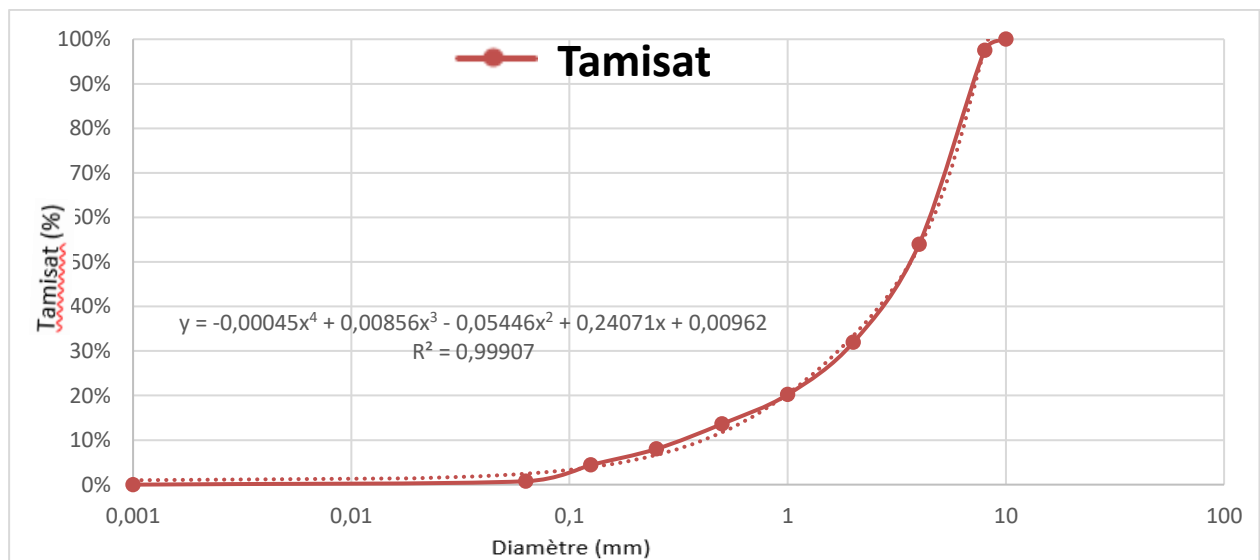


Figure 4-3 : Courbe granulométrique représentant la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), Echantillon Aa1.

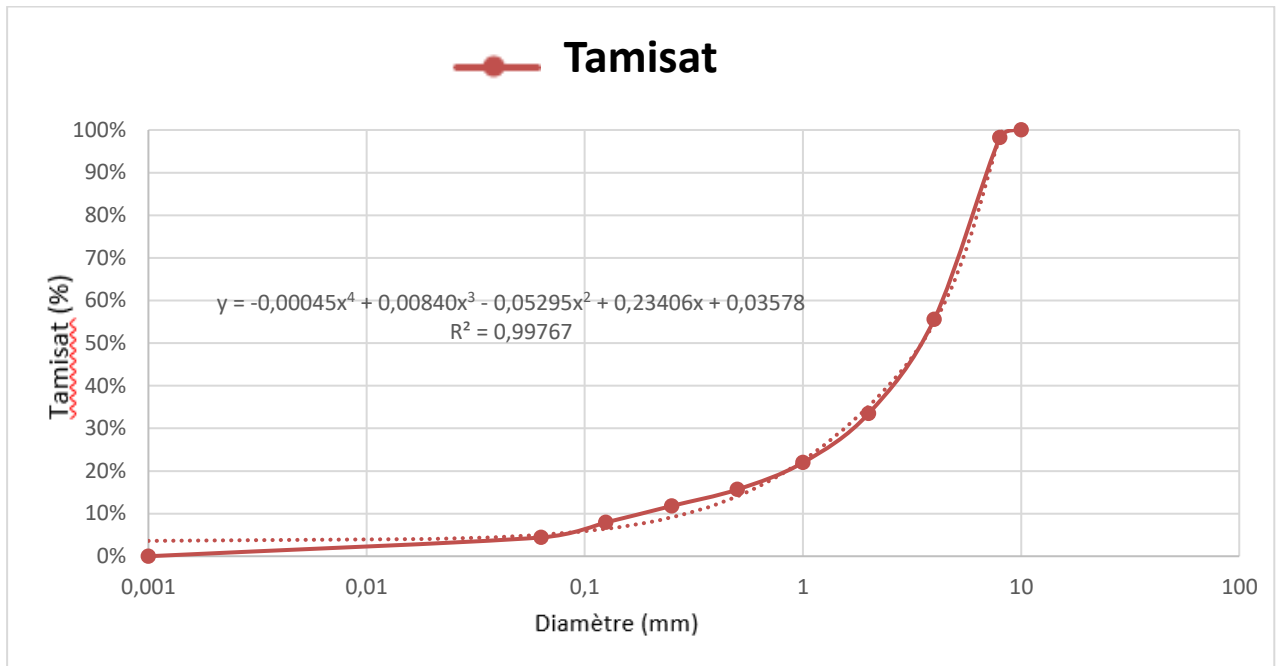


Figure 4-5 : Courbe granulométrique représentant la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), Echantillon Aa2.

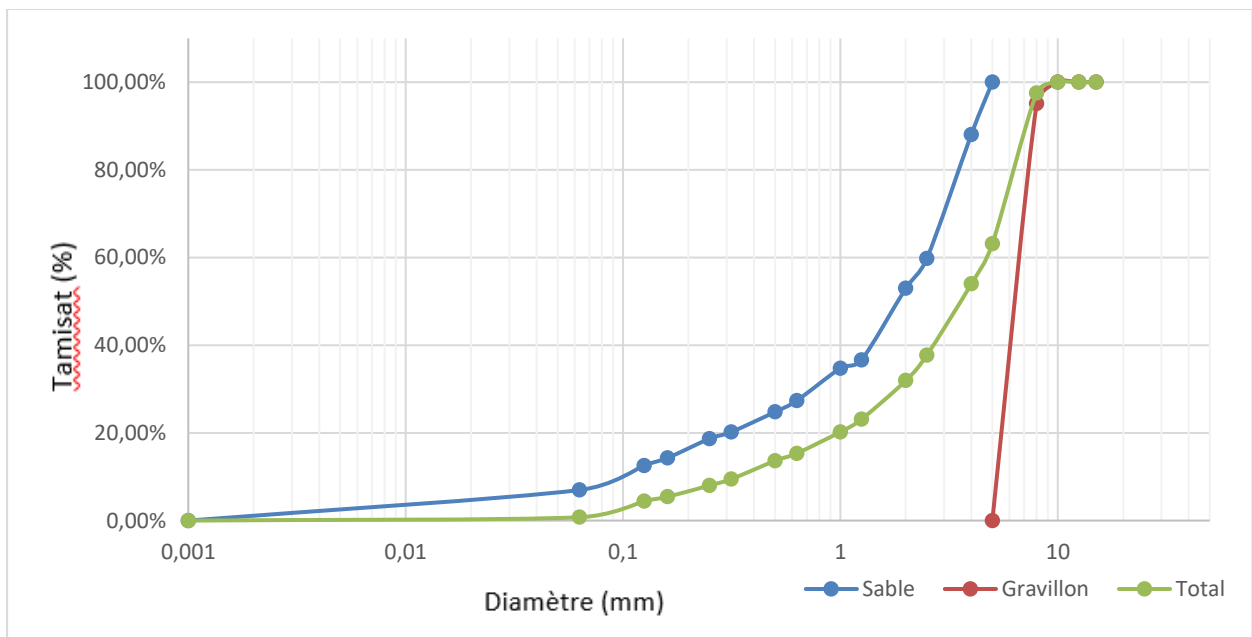


Figure 4-6 : Analyse des différentes classes granulométrique échantillon Aa2.

NB : Pour les diamètres inférieurs à 63 μ , le tamisat est nul .

- **Interprétation des résultats :**

Les coefficients permettant d'analyser une distribution granulométrique en termes de d'uniformité, de courbure et de finesse sont calculés ci-après :

- Le coefficient de courbure C_c :

$$C_c = \frac{d_{30}^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

[C_c (Aa1)= 1,45475228]

Et [C_c (Aa2)= 1,41318122].

- C_u est compris entre 1 et 3 le sol est donc bien gradué. Les sols bien gradués constituent des dépôts naturellement denses avec une capacité portante élevée. Ils peuvent être aisément compactés en remblais et forment des pentes stables.
 - Le coefficient d'uniformité d'Hazen C_u :
- Permet de décrire la forme de la courbe entre D_{10} et D_{60} .

$$C_u = d_{60}/d_{10}$$

$$[C_u(Aa1) = 10,276]$$

$$\text{et } [C_u(Aa2) = 9,964]$$

- A première vue, une courbe granulométrique permet d'identifier les types de sols qui composent l'échantillon analysé.

Selon la valeur du coefficient d'uniformité, on reconnaît cinq classes de granulométrie (Tab.4.3):

Tableau 4-3 : Classes de granulométrie de sols

Coefficient d'uniformité	Classe de granulométrie
$C_u \leq 2$	Granulométrie très serrée
$2 < C_u \leq 5$	Granulométrie serrée
$5 < C_u \leq 20$	Granulométrie semi-étalée (dispersé)
$20 < C_u \leq 200$	Granulométrie étalée
$200 < C_u$	Granulométrie très étalée

- ($5 < C_u \leq 20$), c'est à dire que sa granulométrie semi étalée avec prédominance d'une fraction particulière.
 - Le module de finesse MF :

Le module de finesse quantifie le caractère plus au moins fin d'un sable. Celui-ci correspond à la somme des pourcentages des refus cumulés, ramenés à l'unité, pour les tamis d'ouverture (exprimée en mm) 0.16, 0.315, 0.63, 1.25, 2.5, 5. Ce paramètre est particulier utilisé dans les calculs de composition des bétons.

❖ Lorsque MF est compris entre :

- 1.8 et 2.2 : le sable est à majorité de grains fins.
- 2.2 et 2.8 : on est en présence d'un sable préférentiel.
- 2.8 et 3.3 : le sable est un peu grossier. Il donnera des bétons résistants mais moins maniables.

$$MF(Aa1) = 2\%$$

$$MF(Aa2) = 2\%$$

- Quant au module de finesse qui est de 2 % ; le Sable est dit : à majorité de grain fin.

4.1.5.2 Par diffraction laser :

➤ Définition :

La diffraction laser est largement employée comme technique granulométrique pour des matériaux allant de quelques centaines de nanomètres à plusieurs millimètres.

La diffraction laser utilise la théorie de diffusion de la lumière de Mie pour calculer la distribution granulométrique des particules sur la base d'un modèle sphérique équivalent en volume.



Figure 4 -7: granulomètre à diffraction laser à l'ENG

➤ **Principes** : [18]

Le granulomètre se compose de 2 éléments:

- Un banc optique comprenant une source laser hélium-néon.
- Un micro-ordinateur PC, utilisé pour asservir le banc optique, récolter les données, calculer et stocker les résultats.

Le fonctionnement de l'appareil repose sur le principe suivant :

La diffraction laser mesure les distributions granulométriques des particules en mesurant la variation angulaire de l'intensité de lumière diffusée lorsqu'un faisceau laser traverse un échantillon de particules dispersées. Les grosses particules diffusent la lumière à de petits angles par rapport au faisceau laser et les petites particules diffusent la lumière à des angles supérieurs. Les données relatives à l'intensité diffusée en fonction de l'angle sont analysées pour calculer la taille des particules qui ont créé l'image de diffraction et ceci grâce à la théorie de Mie. La taille des particules représente le diamètre de la sphère équivalente ayant même volume que la particule. Le modèle de Mie tient compte tant de la diffraction que de la diffusion de la lumière autour de la particule dans son milieu. Pour utiliser le modèle de Mie, il faut connaître l'indice réfractif complexe de l'échantillon et du milieu. Cet indice complexe est constitué d'une partie réelle, l'indice réfractif standard, et d'une partie imaginaire, qui représente l'absorption.

Indice complexe = m

$m = a + b$

a : partie réelle

b : partie imaginaire

Avec la diffraction laser, la taille des particules est spécifiée en fonction des modèles de distribution de l'intensité lumineuse. À cet effet, la théorie de Mie est utilisée pour calculer le type de modèle de distribution de l'intensité lumineuse produits par les particules de différentes tailles. Comme ces données sont stockées à l'avance sous forme de tableau de paramètres, cela n'affecte pas le temps de mesure. [21]

- **Expression de résultats :**

Tableau 4-4 : Résultats de l'analyse granulométrique par diffraction laser.

Taille (µm)	% Volume	Taille (µm)	% Volume	Taille (µm)	% Volume	Taille (µm)	% Volume	Taille (µm)	% Volume	Taille (µm)	% Volume
1.00	2.72	5.00	17.99	17.70	46.45	57.6	64.87	188	90.54	600	100
1.18	3.38	5.41	19.60	20.00	48.68	63.0	66.40	200	91.78	613	100
1.40	4.16	6.41	23.33	20.90	49.46	68.2	67.80	223	93.81	726	100
1.66	5.06	7.00	25.38	24.80	52.27	80.0	70.87	263	96.32	800	100
1.97	6.16	7.59	27.31	25.00	52.40	80.8	71.08	300	97.80	860	100
2.33	7.45	8.99	31.44	29.30	54.81	95.6	74.66	312	98.18	1000	100
2.76	9.04	10.00	34.02	32.00	56.11	100	75.67	369	99.24	1020	100
3.00	9.98	10.60	35.41	40.00	59.31	113	78.52	400	99.59	1200	100
3.26	11.00	12.6	39.42	41.10	59.71	125	80.66	437	99.80	1430	100
3.86	13.41	14.9	43.04	41.10	59.71	134	82.66	500	99.97	1690	100
4.45	16.14	15.00	43.18	48.70	62.22	159	86.77	518	100	2000	100

- Les résultats peuvent être rendus sous forme de nombreux paramètres calculés. Le rapport d'analyse (figure4-8) par défaut mentionne :

- L'ensemble de la distribution granulométrique, exprimée en volume (%) en fonction des classes de taille (D_v = diamètre d'une sphère équivalent à la particule) sur une échelle de 0.02 µm à 2000 µm.
- Le $D_v(10)$, $D_v(50)$ et $D_v(90)$ qui correspondent respectivement aux diamètres en dessous desquels se situe 10 ,50 et 90% du volume des particules.
- Le $D_v[4,3]$ correspond au diamètre moyen en volume.
- Le span, défini comme $[D_v(90) - D_v(10)] / D_v(50)$, donne une indication sur la largeur de la distribution granulométrique.
- L'uniformité est une déviation par rapport à la médiane, donne également une indication sur la largeur de la distribution granulométrique.
- La surface spécifique, qui n'est ici pas une réelle mesurée mais plutôt une extrapolation basée sur le diamètre moyen et la masse volumique.

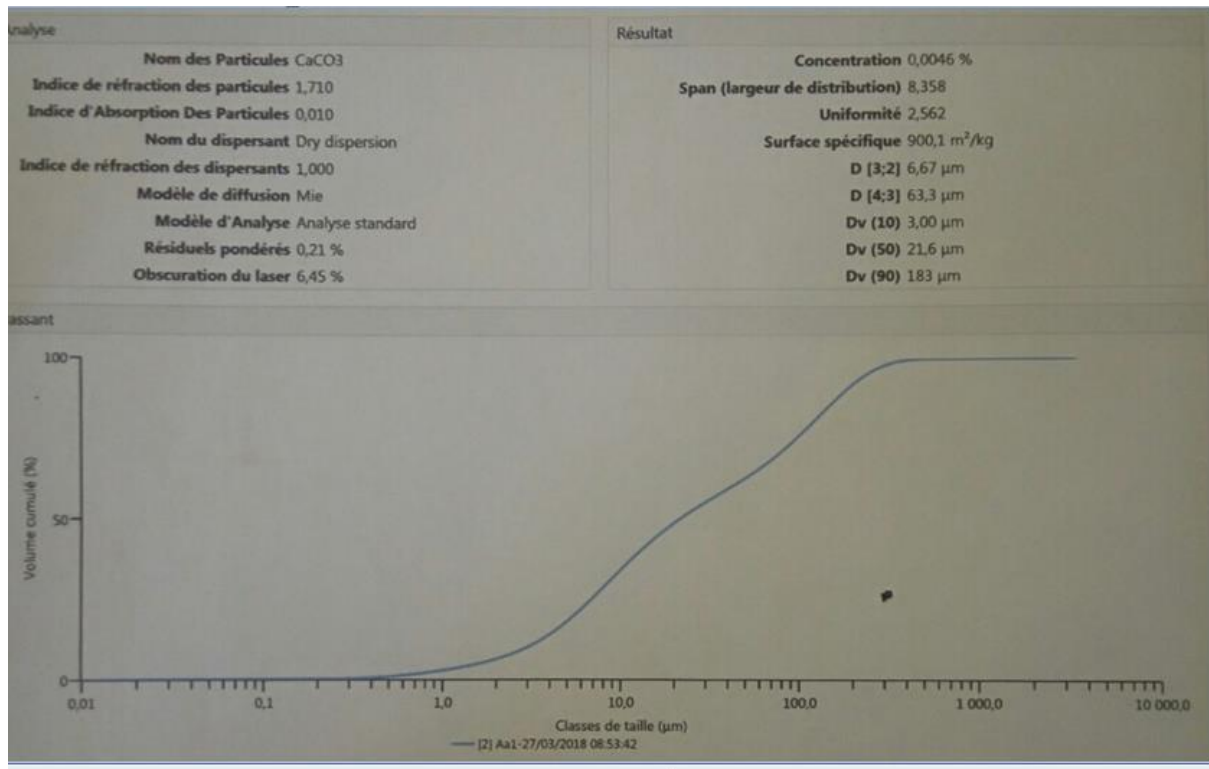


Figure 4-8 : Résultat obtenu par le granulomètre laser.

4.2 Caractérisation physique (Annexe 2) :

Ces paramètres ont été déterminés au laboratoire de département génie minier. Le mode opératoire de chaque paramètre est développé dans l'annexe 2.

4.2.1 Calcul du taux d'humidité :

Le taux d'humidité est défini par le pourcentage d'eau contenu dans l'échantillon.

$$T(\%) = 100 * (M - M_0) / M$$

M : Masse avant séchage

M₀ : Masse après séchage

Tableau 4-5: Résultats des essais de la teneur en eau

Récipient	1	2	3
Masse avant séchage M(g)	92,6	92,98	96,79
Masse après séchage M ₀ (2h)	92,49	92,91	96,62
Teneur en eau (%)	0,12	0,08	0,18

- La teneur en eau moyenne est : 0.13%.

4.2.2 Masse volumique

La masse volumique d'un corps est la masse de l'unité de volume de ce corps, on distingue :

La masse volumique absolue et la masse apparente.

Elle est exprimée en g/cm³ ou kg/m³.

4.2.2.1 Masse volumique apparente :

La masse volumique apparente est un rapport entre la masse d'un matériau et le volume apparent des grains de matière. Le rapport tient compte des vides interstitiels et des vides liés aux pores du matériau.

$$\rho = M / (V_1 - V_2)$$

ρ : Masse volumique

M : la masse de l'échantillon

V_1 : le volume de niveau 1 de l'eau

V_2 : le volume de niveau 2 de l'eau

Tableau 4-6: résultats des essais de la masse volumique apparente.

Masse (g)	42	300
V_1 (cm³)	30	250
V_2 (cm³)	45,5	360
Masse volumique (g/cm³)	2,70	2,72

- La masse volumique apparente moyenne est 2.7 g/ cm³.

4.2.2.2 Masse volumique absolue :

La masse volumique absolue : c'est la masse de l'unité de volume absolu du corps, sans tenir compte du volume du vide.

$$\rho = M/V$$

M : masse de l'échantillon.

V : volume de récipient occupé par l'échantillon.

Tableau 4-7: résultats des essais de la masse volumique absolu

Masse M (g)	272	135
Volume V (cm³)	100	50
Masse volumique (g/cm³)	2.72	2.70

- La masse volumique absolue moyenne est 2.71 g/cm³.

4.2.3 Calcul de la porosité :

Toutes les roches présentent dans une proportion plus ou moins grande, des fissures ou des petits vides, qui renferment souvent l'eau. On appelle porosité d'une roche, le volume des vides contenus dans l'unité de volume de matière.

$$P(\%) = (M_1 - M_0 / M_0) * \rho * 100$$

Où :

P (%) est la porosité exprimée en pourcentage.

M_1 est la masse de l'échantillon après imbibition dans l'eau.

M_0 est la masse initiale de l'échantillon.

$\rho = 2.75 \text{ g/cm}^3$, la masse volumique de l'échantillon.

$$M_1 = 331\text{g}$$

$$M_0 = 331\text{g}$$

$$P(\%) = 0.00 \%$$

4.2.4 Teneur en carbonates de calcium : [31]

➤ **Définition**

Cet essai s'applique pour la détermination conventionnelle du pourcentage de la fraction carbonatée contenue dans un sol, une roche ou un matériau. Par convention, la teneur massique en carbonate d'un matériau est le rapport entre la masse de carbonate contenue dans le matériau et la masse de matériau sec.

➤ **Principe**

L'essai consiste à déterminer le volume de dioxyde de carbone (CO_2) dégagé sous l'action d'acide chlorhydrique en excès (dans des conditions de température et de pression atmosphérique connues) par un échantillon préparé pour l'essai.

Tableau 4-8: Résultats des essais de la teneur en carbonate de calcium.

Essai	Essai 1	Essai 2	Essai 3
m_t (g)	0.25	0.25	0.25
v_t (cm^3)	54.10	49.90	49.90
m (g)	0.50	0.25	0.25
v_b (cm^3)	94.1	44	44.40
Teneur en CaCO_3	87.30%	88.80%	90%

m : la masse de la prise d'essai

m : la masse de la prise d'essai du carbonate de calcium de référence

v_t : le volume de dioxyde de carbone dégagé par le carbonate de calcium

v_b : le volume de gaz dégagé lors de l'essai sur le matériau

- **Interprétation** :

L'interprétation se fait selon du tableau suivant :

Tableau 4-9: Classification de l'échantillon en fonction de la teneur en carbonate

Teneur en carbonate (%)	Classification	Exemple
< 10	non calcaire	argile, sable siliceux...
10 à 29	Peu calcaire	Marne argileuse
30 à 69	Moyennement calcaire	Marne...
70 à 89	Fortement calcaire	Calcaire marneux...
>= 90	Calcaire	Calcaire

- La teneur moyenne en carbonate de calcium de notre échantillon est égale à 88.7%, et donc notre sol est classifié : fortement calcaire.

4.2.5 Perte au feu :

La perte au feu est la perte de masse qui résulte de l'échauffement d'un matériau. Cette perte au feu se constate lorsque l'élaboration d'objets manufacturés nécessite une forte chaleur, par exemple en métallurgie. De fait, le produit final n'a plus la même composition chimique que le produit initial puisque de la matière est partie (ce qui explique la variation de masse).

Lors du chauffage, il se produit diverses réactions qui modifient l'échantillon :

- à 100 °C : l'eau libre se vaporise
- au-dessus, l'eau liée se libère (par exemple molécules d'eau liées dans le gypse, l'argile)
- vers 550 °C : sous air ou atmosphère oxydante, la matière organique brûle donnant du dioxyde de carbone (CO₂) ou du graphite(C) ;
- le carbone s'oxyde lentement pour former du dioxyde de carbone ou du monoxyde de carbone ;
- les carbonates se décomposent, par exemple



- sous air ou atmosphère oxydante, les métaux s'oxydent ;
- les sels volatils se vaporisent.

La perte au feu est donc simplement la différence de masse :

perte au feu = (masse avant calcination) - (masse après calcination)

on l'exprime parfois en pourcentage :

perte au feu (%) = $100 \times [(masse\ avant\ calcination) - (masse\ après\ calcination)] / (masse\ avant$

calcination)

Un cas typique est celui de l'analyse des roches. La perte au feu provoque une transformation du calcaire évoquée ci-dessus, mais si l'on n'est pas sous atmosphère neutre, cela provoque aussi l'oxydation de l'oxyde de fer : $\text{FeO} \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3$. Dans ce cas-là, il faut titrer le fer II sur l'échantillon frais d'une autre manière, par exemple par voie humide, afin d'appliquer une correction exacte.

Tableau 4-10: Résultats des essais de perte au feu

Echantillon	PAF (%)
Aa1	39,71
Aa2	42,21
Aa3	40,84

- La perte au feu moyenne est de 40.92%

4.3 Caractérisation géotechnique :

4.3.1 Essai Los Angeles : [25]

➤ Définition

L'essai permet de mesurer les résistances combinées à la fragmentation par chocs des éléments d'un granulat. Il s'applique aux granulats utilisés pour la constitution des assises de chaussée, y compris les couches de roulement. Le matériau évolue pendant l'essai, par suite du choc des boulets sur le granulat (rupture fragile des éléments).

➤ Principe

L'essai consiste à mesurer la quantité d'éléments inférieurs à 1,6 mm produite en soumettant le matériau aux chocs de boulets normalisés et aux frottements réciproques dans la machine Los Angeles.

La granularité du matériau soumis à l'essai est choisie parmi six granularités-types, de la classe granulaire 4/6,3 mm – 6,3/10 mm – 10/14 mm – 10/25 mm – 16/31,5 mm et 25/50 mm, se rapprochant au mieux de la granularité du matériau tel qu'il sera mis en œuvre.



Figure 4-9 : La machine Los Angeles

➤ **Formulation :**

Si 5000 g est la masse du matériau soumis à l'essai, "m" est la masse des éléments supérieurs à 1.6 mm produits au cours de l'essai, la résistance à la fragmentation par chocs s'exprime par le coefficient Los Angeles L.A. tel que ce coefficient est défini par le rapport :

$$LA = (5000-m)/50$$

- **Résultats des essais :**

Tableau 4-11 : Résultats des essais Los Angeles (LA)

Site d'échantillonnage	Fraction Utilisée	Masse Initiale (g)	Masse finale (g)	Coefficient LA
Site de Cosider	10/14	5000	3348	33.04

- **Interprétation des résultats :**

Les résultats des essais Los Angeles de notre échantillons de roches présentent un coefficient de Los Angeles, jugé n'est pas bon et très fragile d'après la norme algérienne (norme P18_541) car la valeur obtenue est nettement loin de la limite supérieure de fragilité (<40 %)

4.3.2 Equivalent de sable (Annexe 3): [26]

➤ **Définition :**

L'équivalent de sable est un indicateur, utilisé en géotechnique, caractérisant la propreté d'un sable ou d'une grave. Cet essai permet de mettre en évidence des traces d'argile, de limon ou de matières très fines, contenues dans un sol,

➤ **Principe :**

L'essai consiste à verser un échantillon de sable et une petite quantité de solution floculante (Le protocole de préparation de cette solution est donnée en annexe 3) dans une éprouvette graduée et d'agiter de façon à détacher la fraction argileuse des particules de sable de l'échantillon.

On complète alors le volume de l'éprouvette avec le reste de la solution floculante afin de faire remonter les particules fines en suspension au-dessus du sable, ensuite, les hauteurs des produits sont mesurées. L'équivalent de sable est le rapport hauteur du sable sur hauteur totale, exprimé en pourcentage.

➤ **Calcul :**

Tableau 4-12 : Résultats des essais de l'équivalent de sable

	Premières éprouvette	Deuxième éprouvette
Masse de l'éprouvette(g)	120	120
h₁ (mm)	14.6	14
h₂(mm)	7.9	7.7
100 *(h₂/ h₁)	54.11	55
ES=54.55%		

- **Interprétation :**

L'équivalent de sable de notre échantillon de carbonate de calcium à ES =54.55% <65% alors ce dernier est un grès carbonaté à base de micrite (boue calcaire).

4.3.3 Essai au bleu de méthylène (Annexe 4):[27]

➤ **Introduction :**

Couramment, l'essai au bleu de méthylène est utilisé pour caractériser l'activité de l'argile contenue dans les sols. Il est utilisé également pour quantifier de manière sûre et simple la propriété des granulats.

➤ **Principe :**

Des doses d'une solution de bleu de méthylène sont ajoutées successivement à une suspension de la prise d'essai dans l'eau distillée. L'adsorption de la solution colorée par la prise d'essai est vérifiée après chaque addition de solution en effectuant un test à la tache sur du papier filtre pour déceler la présence de colorant libre.

Lorsque la présence de colorant libre est confirmée, la valeur de bleu de méthylène est calculée et exprimée en grammes de colorant adsorbé par kg de fraction granulaire testée.

- **Résultats et interprétation :**[28]

$$MB = (V1/M1) * 10 = (5/217.6) * 10$$

MB=0.23gramme de colorant/kilogramme d'échantillon

- Donc notre échantillon est dit : Sol sablo-argileux .

4.4 Caractérisation optique :

➤ **Expression des résultats :**

Tableau 4-13: Résultats du degré de blancheur de tout-venant de carbonate de calcium (Aa1, Aa2,Aa3, Aa4).

Echantillon	Coordonnées
Aa1	L* =90,85
	a*=0,47
	b*=4,04
Aa2	L*=88,80
	a*=0,93
	b*=5,99
Aa3	L*=92,03
	a*=0,53
	b*=4,11
Aa4	L*=88,48
	a*=0,38
	b*=5,58

4-5 Caractéristique chimique :

Pour voir la répartition du carbonate et les éléments associés, nous avons effectué une analyse

granulochimique sur toutes les classes granulométriques. Cette analyse permet en quelque sorte de préciser l'enrichissement ou bien l'appauvrissement des différentes classes granulaires en éléments valorisables avant et après fragmentation. Les 10 échantillons sont analysés par la fluorescence X.

Expression des résultats :

Code Ech	Teneur %										
	PF	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅	TiO ₂
1	43.78	0.08	0.04	0.02	55.77	0.20	0.02	0.01	0.06	0.01	0.1
2	43.71	0.11	0.05	0.02	55.79	0.19	0.03	0.01	0.06	0.02	0.02
3	43.52	0.10	0.05	0.02	55.91	0.26	0.03	0.01	0.06	0.01	0.02

Tableau 4-14: Résultats des analyses par fluorescence X.

Chapitre 5 : Essais d'enrichissement du carbonate de calcium

5.1 Enrichissement par séparation magnétique:

Tableau 5-1: Résultats des essais de la séparation magnétique de l'échantillon Aa4

Alimentation	150g (<200 μ)		
Intensité(A)	8 A	10 A	12A
Rendement pondéral (g)	147.70	144.70	141.70

Tableau 5-2 : Résultat des essais de mesure du degré de blancheur de l'échantillon Aa4

Gisement	Degré de blancheur avant traitement %	Degré de blanchiment après traitement %
El khroub Constantine	78	79

Résultats et interprétation :

- ✓ D'après les résultats obtenus de l'ORGM , on a constaté une augmentation du degré de blancheur de 1% pour les échantillons de Constantine , ce qui s'explique par l'élimination des oxydes de fer considérés comme des impuretés dans l'échantillon de départ, pour une intensité de 12 A .
- ✓ On constate une relation linéaire entre l'intensité du courant électrique et le rendement pondéral , c'est-à-dire que la masse du matériau ferromagnétique arrachée par le séparateur magnétique est proportionnellement linéaire à la variation de l'intensité du courant électrique.

5.2 Enrichissement par des agents de blanchiment:

L'objectif de cette partie est d'améliorer le degré de blancheur et comparer les bénéfices d'associer à l'utilisation de un agent réducteur (hydrosulfite) et deux agents oxydants (eau de javel ,peroxyde) servant au blanchiment en un stade ou en plusieurs stades.

5.2.1 Blanchiment en un stade :

- Description des modes opératoires des essais de blanchiment:

- Blanchiment par l'eau de javel :

- On pèse 50 g de l'échantillon.
- On prend différentes concentrations de l'eau de javel (12° ; 6°)
- On ajoute l'eau de javel à l'échantillon et on laisse reposer pendant 24 h
- On filtre et sécher l'échantillon.
- On mesure le degré de blancheur.

- Blanchiment par peroxyde d'hydrogène :

1- Peroxyde d'hydrogène :

- On pèse 50 g de l'échantillon.
- On prend déférent concentration de peroxyde d'hydrogène (30%, 15%)
- On ajoute peroxyde d'hydrogène à l'échantillon et on laisse reposer pendant 24 h
- On filtre et sécher l'échantillon.
- On mesure le degré de blancheur

2- Peroxyde d'hydrogène + l'acide sulfurique :

On met en suspension 100 g de poudre sèche de carbonate de calcium dans 200g d'eau, 5 ml d'acide sulfurique à 0,2 molaire ont été ajoutés, la valeur de pH de la suspension devenant 7.

La température de la solution aqueuse est maintenue à 120 ± 2 ° C. Ensuite, on ajoute 10ml de peroxyde d'hydrogène à 30%. La température dans le récipient de réaction est maintenue constante pendant au moins 30 minutes, et la solution est ensuite filtrée à l'aide d'un entonnoir et séchée.

- **L'agent chélatant (EDTA) avec un agent de blanchiment oxydant (peroxyde d'hydrogène) ou réducteur (hydrosulfite de sodium)**

D'une manière générale, le procédé de blanchiment de la pierre calcaire conforme à la présente invention est effectué en broyant d'abord la calcite ayant de petites quantités d'oxydes de fer ou de fer en petites tailles par des procédés classiques de broyage humide ou sec. L'échantillon broyé est mélangé avec de l'eau pour former une suspension ayant une teneur en matières solides 50% (100g de CaCO_3 et 100 ml d'eau). On ajoute à la suspension une quantité d'agent chélatant (5g), tel que l'un des sels d'EDTA (acide éthylènediamètetétracétique) capable de séquestrer ou de complexer les ions fer de la suspension, et une quantité d'agent de blanchiment, tel que l'hydrosulfite de sodium (dithionite) ou peroxyde d'hydrogène (30 ml à 40 ml), de quantité suffisante pour réagir avec le fer présent dans la suspension. La suspension contenant les produits chimiques est ensuite mélangée pendant une courte période à une température élevée, par exemple d'environ 150 ° F. La suspension résultante est ensuite filtrée pour éliminer le fer soluble du calcite, et le gâteau du calcite filtré est ensuite séché pour produire un produit de calcite ayant une blancheur améliorée. En utilisant un agent chélatant avec l'agent de blanchiment, au lieu d'un acide ou d'un agent de floculation, le procédé de blanchiment peut être effectué sans réduire le pH naturel du mélange du calcite. De plus, on obtient une blancheur dans le produit séché résultant qui est supérieure à tous les procédés mécaniques ou chimiques précédemment connus pour éliminer les contaminants de fer.

Résultats et interprétations :

Tableau : 5-3 : Résultat de mesure de degré de blancheur des différents échantillons d'après l'ORGM

Echantillon	Agent de blanchiment	Degré de blanchiment avant traitement%	Degré de blanchiment après traitement %
Aa1	H_2O_2 à 50%	80	82
	H_2O_2 à 100%		81
Aa4	$\text{H}_2\text{O}_2 + \text{H}_2\text{SO}_2$	78	80
	H_2O_2 (40ml)+ EDTA		79
Echantillon Khenchela	H_2O_2 à 50%	79	75
	H_2O_2 à 100%		78
	$\text{H}_2\text{O}_2 + \text{H}_2\text{SO}_2$		80
	Eau javel à 50%		78
	Eau javel à 100%		79
	$\text{H}_2\text{O}_2 + \text{EDTA}$ (30 ml)		76

- D'après les résultats obtenus de l'ORGM, on a constaté une augmentation du degré de blancheur dans les cas suivant :
 - H₂O₂ à 50% -> une amélioration de degré de blancheur de 2% .
 - H₂O₂ à 100% ->une amélioration de degré de blancheur de 1% .
 - H₂O₂ + H₂SO₂-> une amélioration de degré de blancheur de 2% .
 - H₂O₂ (40ml)+ EDTA -> une amélioration de degré de blancheur de 2% .

Echantillon	Agent blanchiment	Degré de blancheur avant traitement	Degré de blancheur après traitement
Aa2	Eau javel à 50%	L=88.80 a=0.93 b=5.99	L=91.52 a=0.67 b=5.11
	Eau javel à 100%		L=91.70 a=0.64 b=4.65

Tableau : 5-4 : Résultat de mesure de degré de blancheur des différents échantillons d'après l'ENG

- D'après les résultats obtenus de l'ENG, on a constaté une augmentation du degré de blancheur de 3 points pour les échantillons de Constantine, ce qui s'explique par l'élimination des oxydes de fer considérés comme des impuretés dans l'échantillon de départ, pour une concentration de l'eau de javel de l'ordre de 12° et de 6°.

5.2.2 **Blanchiment multistades:**

- **Blanchiment en trois stades : PPY ou PYP ou YPP:**

Le but de l'étude sur le blanchiment en trois stades avec l'hydrosulfite de sodium et le peroxyde d'hydrogène était de déterminer si des blancheurs supérieures pouvaient être obtenues comparativement au blanchiment au peroxyde en un stades. Nous avons aussi évalué l'impact de l'ordre d'addition des agents de blanchiment. si le stade d'hydrosulfite de sodium devrait précéder les deux stades de peroxyde (YPP) ou prendre place entre les deux stades de peroxyde d'hydrogène (PYP). De plus les séquences de blanchiment en trois stades permettent d'obtenir des niveaux de blancheur supérieurs. Dans un premier temps, nous avons établi la charge optimale d'hydrosulfite à utiliser pour les séquences YPP et PYP. Dans un deuxième temps, la séquence optimale (YPP ou PYP) est comparée à la séquence PPY, soit la séquence où l'hydrosulfite est utilisé en troisième stade.

Nous avons effectué une série de blanchiment avec 10ml l'hydrosulfite de sodium (10 ml) et de peroxide d'hydrogène.

➤ CONCLUSION GENERALE

Suite au travail effectué au niveau du laboratoire du département génie minier à l'Ecole Nationale Polytechnique et au niveau des laboratoires de l'ENG et l'ORGM, les conclusions tirées concernant la valorisation des carbonates de calcium des échantillons de COSIDER sont représentées comme le suivant :

- ✓ La préparation mécanique est une phase très importante pour chaque opération d'enrichissement, elle vise à séparer proprement dite des phases minérales intéressantes de la gangue.
- ✓ La séparation magnétique appliquée sur une granulométrie inférieure à 200 μ à une haute intensité de l'ordre de 10A, permet d'obtenir des degrés de blancheur correspondants de 79%.
- Comme recommandation pour cet essai, il est nécessaire de nettoyer l'appareil avec du sable et de pratiquer un dépoussiérage préalable avant de commencer la séparation magnétique.
- ✓ Une augmentation du degré de blancheur des carbonates de calcium de l'ordre de 79% 80% 81% 82% et jusqu'à \approx 92% suit à l'utilisation des agents de blanchiment comme l'hypochlorite de sodium, le peroxyde d'hydrogène et le dithionite , à noter que :
- L'hypochlorite de sodium (eau de javel) : est un oxydant puissant réagissant avec les composés inflammables et les réducteurs, c'est une base faible et inflammable, qui peut augmenter le degré de blancheur jusqu'à 3 points.
- le peroxyde d'hydrogène : plus le pH est élevé, plus il y a formation d'anion perhydroxyl donc plus le blanchiment est efficace ,mais pour le traitement des papiers récupérés, il ne faut pas travailler au-delà de 11 points de PH Anoter que des températures de l'ordre de 100°C améliorent sensiblement l'efficacité du blanchiment au peroxyde.
- Le meilleur agent chélatant pour la complexation des ions de fer est l'EDTA.
- La séquence peroxyde-hydrosulfite (PY) était la plus économique.

Pour la séquence hydrosulfite-peroxyde-hydrosulfite (YPY), il est démontré que des réductions de 39.7% étaient possibles par rapport au blanchiment en 1 seul stade au peroxyde.

- La séquence peroxyde-hydrosulfite (PY) est favorisé à cause des coûts inférieurs en capitalisation d'équipement et des blancheurs plus élevées obtenues après le premier stade de blanchiment.
- Il fut conclu que la séquence peroxyde hydrosulfite (PY) était supérieure à l'inverse à cause des gains de blancheur obtenus.

A la fin , nous recommandons le procédé de combinaison d'agents réducteur et oxydant car il a été démontré qu' à séquence peroxyde-peroxyde- hydrosulfite (PPY) on peut atteindre des blancheurs de 83.5% par exemple pour une pâte, comparativement à une blancheur de 78.7% pour la séquence peroxyde-hydrosulfite (PY) .

Bibliographie

Bibliographie :

- [1] : <https://bu.umc.edu.dz/theses/chimie/LAB5768.pdf>
- [2]: www.blsmagnet.com. " séparation magnétique séparateurs pour métaux ferreux et non ferreux" magnet attractive thechnologywww.aimants-goudsmit.com "séparateurs magnétiques pour le recyclage" ..goudsmitmagneticsystemes .poussés par le magnétisme depuis 1959Gérard gillet " séparation magnétique théorie et modélisation" ingénieur ensg de nancy .laboratoire environnement et minéralurgie techniques de l'ingénieur .français
- [3]: ENG, Norme NA 2607-1990
- [4] : cours M.Oueld hamou ENP Alger ; nferre.brgm.fr/rapports/77-SGN-398-MIN.pdf
- [5]: document sur le carbonate de calcium.
http://www.sfc.fr/Donnees/mine/caco/texcaco.htm#Carbonate_de_calcium ; Plan d'exploitation annuelle, BENTAL, 2009 ;
gq.mines.gouv.qc.ca/documents/examine/GM69410/GM69410.pdf ;
<https://www.usherbrook.ca/MMelanson> ; http://www.haute-loire.gouv.fr/IMG/pdf/fds_filler.pdf
- [6]: depot-e.uqtr.ca/5538/1/000583317.pdf
- [7] : <http://dictionnaire.sensagent.leparisien.fr/Masse%20volumique/fr-fr/>
https://ft.univ-tlemcen.dz/assets/uploads/pdf/departement/gc/tp/masse_volumiques_granulats.pdf
- [8]:<http://www.eng.espa> .
- [9]: Chromamètre Konica Minolta CR 410
https://www.grosseron.com/chromametre-cr-400-cr-410_48-1181-1-2151-1-7967.html) ; Le Cahier des Techniques de l'Inra,Des développements méthodologiques en imagerie à l'Inra Eric Pietri, Patrice Reling
- [10]:https://ft.univ.tlemcen.dz/assets/uploads/pdf/departement/gc/tp/analyse_granulometrique.pdf ; https://ft.univtlemcen.dz/assets/uploads/pdf/departement/gc/tp/los_angeles.pdf
- [11]: https://ft.univ-tlemcen.dz/assets/uploads/pdf/departement/gc/tp/proprete_granulats.pdf
- [12]:<http://ir.nmu.org.ua/bitstream/handle/123456789/3530/CD162.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.
- [13]:www.idroproject.com/uploads/1/5/0/9/.../essai_au_bleu_de_mrthylne-cours-cap.pdf
- [14] :https://lycee-champollion.fr/IMG/pdf/td_no8_chimie.pdf;pfeda.univ-lille1.fr/iaal/docs/dess2001/sel/pro_fin_rap.pdf ;
www.societechimiquedefrance.fr/extras/Donnees/mine/caco/texcaco.htm ; www.mineraux-dmarmet.com/.../roches_sedimentaires.htm ,
www.societechimiquedefrance.fr/extras/Donnees/mine/caco/texcaco.htm ;A.IEVENS,M.STR AUMANIS,Z.PHYSIK,1940,116,194
- [15] : <https://www.lhybride.info/media/file/lechantillon-39-FR.pdf>
- [16]: <http://www-lmdc.insa-toulouse.fr/RF2B/Actes-RF2B-2006/%25pdf-Michel.pdf>

- [18]:<https://www.malvernpanalytical.com/fr/products/technology/light-scattering/laser-diffraction> ; <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01493986/document>
- [19]:<http://inmu.org.ua/bitstream/handle/123456789/3530/CD162.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- [20] : <http://www.neyrtec.com/pages/equipement.php?id=18>; élaboration de modèle de calcul de dispositifs à induction.
- [25]:pfeda.univ-lille1.fr/iaal/docs/dess2001/sel/pro_fin_rap.pdf ; <http://www.futura.sciences.fr/calcite> ;<http://www.eng.espa> ;https://lyceechampollion.fr/IMG/pdf/td_no8_chimie.pdf.
- [21] : norme NF EN 933-8
- [22]: NF EN 933-9
- [23]: Norme Française [NFP 18-540].
- [24] : NF P 94-048
- [26]: <https://www.particle-size-analyzer.com/fr/expertise/la-diffraction-laser>
- [27]:https://www.researchgate.net/profile/Albrecht_Alain/publication/32976371_L%27utilisation_de_la_diffraction_laser_pour_la_determination_de_la_granulometrie_application_aux_sols_agregats_perte_en_terre/links/56129cd508aeed6ac8842bae/Lutilisation-de-la-diffraction-laser-pour-la-determination-de-la-granulometrie-application-aux-sols-agregats-perte-en-terre.pdf
- [28]: Rapport sur l'évaluation du gisement de calcaire de DJEBEL EL MADJEN (carbonate de calcium, chaux, granulats et sable de carrière, réalisé par l'ORGM en décembre 2011)
- [29]: http://www.sfc.fr/Donnees/mine/caco/texcaco.htm#Carbonate_de_calcium
- [30]: technique de l'ingénieur
- [31] : <https://www.universalis.fr/encyclopedie/colorimetrie/3-l-espace-CIELab-1976-ou-l-a-b/>; https://www.commentcamarche.com/contents/1192-le-codage-cie-lab-l-ab.;file:///C:/Users/HP/Downloads/Etude%20comparative%20entre%20l'anal%20-%20Nachit%20Mohammed_1551.pdf

Annexes

Annexe 1 : [10]

➤ Analyse granulométrique par tamisage :

Objectif:

L'analyse granulométrique consiste à déterminer la distribution dimensionnelle des grains constituant un granulat dont les dimensions sont comprises entre 0,063 et 125 mm.

On appelle :

- REFUS sur un tamis : la quantité de matériau qui est retenue sur le tamis.
- TAMISAT (ou passant) : la quantité de matériau qui passe à travers le tamis.

Principe de l'essai:

- L'essai consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis un matériau en plusieurs classes granulaires de tailles décroissantes.
- Les masses des différents refus et tamisats sont rapportées à la masse initiale du matériau. Les pourcentages ainsi obtenus sont exploités sous forme graphique.

Matériel utilisé

- Les dimensions de mailles et le nombre de tamis sont choisis en fonction de l'échantillon et de la précision attendue.
- La norme actuelle (EN 933-2) préconise, pour l'analyse granulométrique, la série de tamis suivante en (mm):
0.063, 0.125, 0.25, 0.50, 1, 2, 4, 8.

Préparation de l'échantillon :

La quantité à utiliser doit répondre à différents impératifs:

-Il faut une quantité assez suffisante pour que l'échantillon soit représentatif, mais pas de telle façon à saturer les tamis .

-Dans la pratique, la masse utilisée sera telle que : $M \geq 0.2D$ avec :

M : masse de l'échantillon en Kg et D : diamètre du plus gros granulat soit exprimé en mm.

Calcul :

- Peser le refus du tamis ayant la plus grande maille : soit R1 la masse de ce refus.
- Poursuivre la même opération avec tous les tamis de la colonne pour obtenir les masses des différents refus cumulés ...
- Les masses des différents refus cumulés Ri sont rapportées à la masse totale de l'échantillon ml.
- Les pourcentages de refus cumulés ainsi obtenus, sont inscrits sur la figure d'essai. Le pourcentage des tamisats cumulés sera déduit.

Tracé la courbe granulométrique:

Il suffit de porter les divers pourcentages des tamisats cumulés sur une figure semi-logarithmique :

- en abscisse : les dimensions des mailles, échelle logarithmique
- en ordonnée : les pourcentages des tamisats sur une échelle arithmétique.
- La courbe doit être tracée de manière continue.

➤ Module de finesse : [23]

- Norme Française [NFP 18-540]

Le module de finesse est égal à 1/100e de la somme des refus cumulés exprimée en pourcentages sur les tamis de la série suivante : 0,16 - 0,315 - 0,63 - 1,25 - 2,5 – 5 mm.

$$MF = \frac{1}{100} \sum (Rc\% \text{ des tamis } \{0.16-0.315-0.63-1.25-2.5-5\})$$

Lorsque MF est compris entre :

- 1.8 et 2.2 : le sable est à majorité de grains fins,
- 2.2 et 2.8 : on est en présence d'un sable préférentiel,
- 2.8 et 3.3 : le sable est un peu grossier. Il donnera des bétons résistants mais moins maniables.

➤ Coefficient d'uniformité ou de Hazen :

- Il pourrait constituer en gros un paramètre de forme de la courbe. On le définit comme suit : $Cu = D_{10} / D_{60}$. Ou D_{60} est le diamètre des grains en mm correspondant à 60% du tamisat.

➤ Coefficient de courbure :

- Il est déterminé par la formule suivante : $Cc = D_{30}^2 / D_{60} \times D_{10}$. Ou D_{30} est le diamètre des grains en mm correspondant à 30% du tamisat.

➤ Par diffraction Laser :

Mode opératoire Mesure d'un échantillon par voix humide :

La distribution granulométrique d'un échantillon dispersé dans un liquide est très simple et ne prend que quelques secondes, elle est constituée de cinq phases successives qui s'enchaînent automatiquement.

- 1- L'alignement du détecteur dans l'axe du faisceau laser.
- 2- Mesure du bruit de fond : il s'agit d'enregistrer toute les impuretés et bulles d'air contenues dans l'eau qui vont être mémorisées par le détecteur. Cette information sera retranchée de la mesure finale.
- 3- La dilution : un volume d'un litre de dispersant est maintenu en circulation par une pompe centrifuge.
- 4- Ajouter l'échantillon dans le volume de dispersant de façon à ce que l'obscurité soit entre 10 et 20% ou est alors aidé par une échelle colorée (rouge et vert) ou zone verte indique la zone de concentration nécessaire et suffisante.
- 5- Quand la concentration optimale est atteinte on lance la mesure .Celle –ci peut durer quelques millisecondes.

Ainsi on veillera à augmenter le temps de la mesure si l'on souhaite une bonne précision sur les quelques particules de plus grosse taille.

Mesure d'un échantillon par la voie sèche :

La mesure d'une poudre dispersée dans l'air est encore plus rapide. Elle est constituée des cinq phases précédentes à savoir : Alignement, bruit de fond, contrôle de la concentration, mesure et calcul.

Pour disperser l'échantillon, on utilise de l'air comprimé à pression variable jusqu'à 4 bars.

➤ La théorie de Mie :

La théorie mathématique interprétant la lumière diffusée par l'échantillon, modélisée pour des particules sphériques, est la théorie de Mie.

La théorie de Mie doit être utilisée pour des particules, dont leur taille est le plus souvent proche voire plus petites que la longueur d'onde utilisée. Cette théorie tient compte tant de la diffraction que de la diffusion de la lumière autour de la particule dans son milieu. Il est alors possible de corréler la taille des particules à la façon dont elles dévient la lumière, en considérant ces particules comme sphériques et en connaissant leurs propriétés optiques (indice de réfraction et d'absorption). Ainsi l'angle de diffraction est inversement proportionnel à la taille des particules et la quantité de lumière déviée est proportionnelle à la taille :

- Les grosses particules diffractent de fortes quantités de lumière sur des petits angles.
- Les petites particules diffractent de très faibles quantités de lumière qui s'étalent de façon décroissante de 0° à des angles plus larges.

Annexe 2 :

➤ Caractéristiques physiques : [7]

3- La masse volumique :

La masse volumique d'une espèce chimique correspond à la masse par unité de volume de cette espèce tout en dépendant des conditions dans lesquelles se trouve la substance, comme la température par exemple. Il existe différents types de masses volumiques en milieux granulaires, parmi lesquelles on distingue :

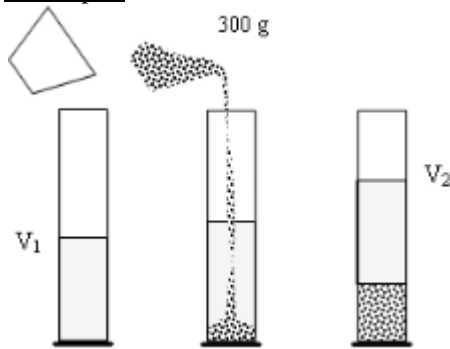
La masse volumique absolue et la masse volumique apparente.

La masse volumique absolue :

La masse volumique absolue est la masse par unité de volume de la matière qui constitue le granulat, sans tenir compte des vides pouvant exister dans ou entre des grains.

Pour déterminer la masse volumique absolue, on a utilisé la méthode de l'éprouvette graduée.

Principe:



- Remplir une éprouvette graduée par un volume V_1 d'eau.

- Poser un échantillon sec M de granulats (de l'ordre de 300 g), et l'introduire dans l'éprouvette.

- Lire le nouveau volume V_2 .

- Le volume absolu est $V = V_2 - V_1$

Et la masse volumique absolue est $M / V_2 - V_1$.

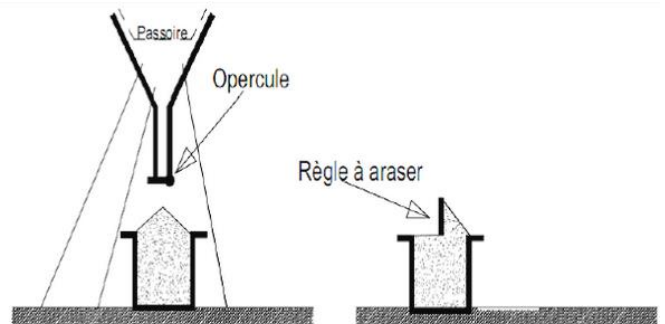
La masse volumique apparente :

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

Principe :

On place l'entonnoir au-dessus de la mesure de volume (V) 100 ml, et après on verse environ une masse (M) de 50g de l'échantillon dans la mesure en ouvrant l'entonnoir jusqu'à ce qu'il déborde formant un cône et on fait l'arasement à l'aide d'une règle. Ensuite on pèse le contenu.

La masse volumique apparente est donnée par: M/V .



4-La porosité :

Toutes les roches présentent dans une proportion plus ou moins grande, des fissures ou des petits vides, qui renferment souvent l'eau. On appelle porosité d'une roche, le volume des vides contenus dans l'unité de volume de matière.

$$P(\%) = (M_1 - M_0 / M_0) * f * 100$$

f : masse volumique de la matière.

Principe :

- Chasser tout le liquide à $T^\circ = 105^\circ\text{C}$, et peser le matériau à sec M_0 .

- Remplir ces vides avec de l'eau et laisser l'échantillon dans l'eau pendant 21 jours.

-Une nouvelle pesée donnera le résultat recherché M_1 .

3- La teneur en carbonate de calcium :

Mode opératoire :

L'essai est effectué sur trois prises d'essai.

- Préparation de l'échantillon

Après séchage et homogénéisation, prélever trois prises d'essai de masse identique conformes au tableau 1.

Tableau 1 : Masse d'une prise d'essai en fonction de la teneur présumée en carbonate

Teneur en carbonate présumée en (%)	< 4	4 à 9	10 à 19	20 à 39	40 à 79	≥ 80
Masse de la prise d'essai de matériau sec en (g)	10	5	2,5	1	0,5	0,25

- Déroulement de l'essai :

- a) On introduit la prise d'essai, une fois pesée (de masse $m=0,25$ g) dans le flacon à réaction propre et sec.
- b) On remplit le flacon et la burette de la solution de NaCl saturée.
(On fait coïncider le niveau bas du flacon avec le zéro en partie haute de la burette).
- c) On introduit environ 10 cm^3 d'acide chlorhydrique concentré dans un tube à essai placé dans le flacon à réaction.
- d) On ouvre le robinet. On obture le flacon à réaction au moyen de son bouchon. La tubulure qui traverse ce dernier est reliée à la partie supérieure de la burette.
- e) On règle le niveau du flacon sur le zéro de la burette .
- f) On ferme le robinet. On met en contact l'acide chlorhydrique contenu dans le tube d'essai avec le carbonate de calcium dans le flacon à réaction.
- g) Au fur et à mesure que le dégagement gazeux exerce une pression sur NaCl de la burette, On fait coïncider, en déplaçant le flacon, le niveau dans le flacon et la burette .On agite le flacon à réaction jusqu'à ce que le niveau de NaCl ne varie plus.
- h) Après équilibre de la température (environ 5 min) On amène les niveaux dans le flacon et dans la burette dans le même plan horizontal et on lit le volume V_B correspondant sur la burette. On refait les mêmes étapes pour la deuxième et la troisième prise d'essai.

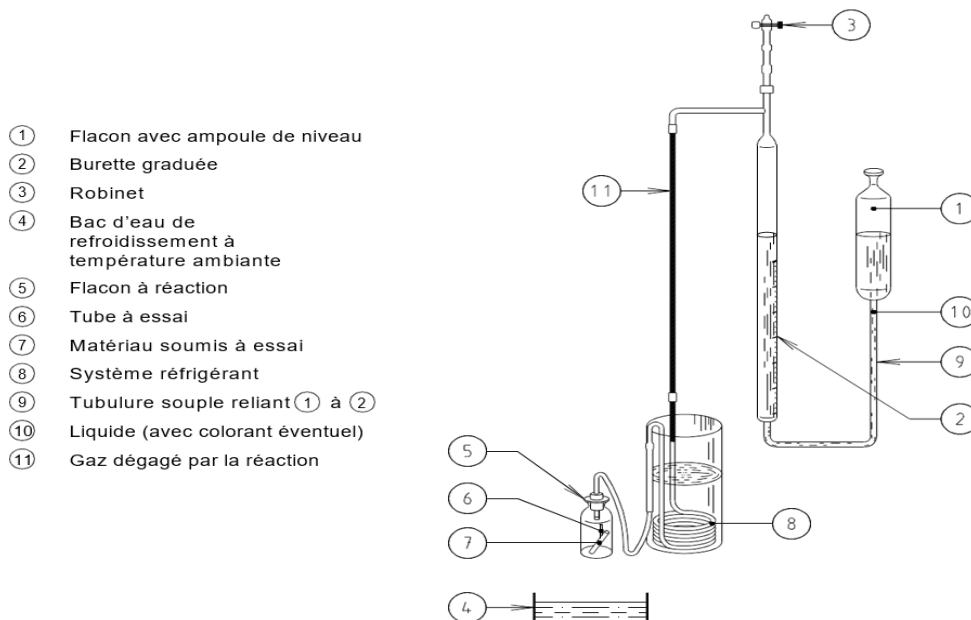


Figure 1 : Schéma d'un calcimètre de Bernard

Détermination de la teneur en carbonate

Il faut tout d'abord commencer par un essai sur un échantillon de référence de CaCO_3 pur, pour cela:

- On prélève, après passage à l'étuve, une masse m_t de 0,25 g de carbonate de calcium pur pour analyse;
- On procède comme au paragraphe du déroulement de l'essai .
- On lit sur la burette, le volume V_t de gaz qui s'est dégagé.

La masse de CaCO_3

m_t contenue dans une prise d'essai est 100/44 fois la masse de dioxyde de carbone m_c recueillie lors de la réaction chimique suivante: $\text{CaCO}_3 + 2 \text{HCl} \rightarrow \text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$

Echantillon de mesure :

- Teneur en carbonate de calcium

La teneur en carbonate du matériau est :

$$(m_t/m) \cdot (v_b/v_t)$$

Avec :

- m est la masse de la prise d'essai, exprimée en grammes.
- m_t est la masse de la prise d'essai du carbonate de calcium de référence (témoin), exprimée en grammes.
- V_b est le volume du dioxyde de carbone dégagé lors de l'essai sur le matériau, exprimé en centimètres cubes.
- V_t est le volume du dioxyde de carbone dégagé par le carbonate de calcium de référence, exprimé en centimètres cubes.

Annexe3

- Equivalant de sable :
- Préparation des prises d'essai :

L'échantillon de laboratoire doit être réduit conformément à l'EN932-2 afin d'obtenir une prise d'essai.

L'essai doit être réalisé sur la fraction 0/2mm à une teneur en humidité inférieure à 2% et à une température de $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

La prise d'essai ne doit pas être séchée dans une étuve.

NOTE 1 Dans certains cas, il peut s'avérer nécessaire de réduire ou d'augmenter la teneur en humidité naturelle afin d'obtenir une prise d'essai dont l'humidité est comprise entre 0 % et 2%.

NOTE 2 Si la prise d'essai est prélevée sur un granulat grave, il convient que l'échantillon de laboratoire soit tamisé à une teneur en humidité inférieure à 2 % sur un tamis de mailles de 2 mm protégé par un tamis de sécurité, en utilisant une brosse à tamis afin de garantir un partage efficace et de recueillir toutes les particules dans la fraction 0/2 mm.

La prise d'essai doit être réduite conformément à l'EN932-2 afin d'obtenir deux éprouvettes

La masse de chaque prise d'essai doit être égale $120 \frac{(100 + w)}{100}$ g (au gramme près) où w est la teneur en humidité du sable (pourcentage en masse sèche).

Mode opératoire :

- Remplir l'éprouvette avec la solution lavante jusqu'au premier trait de jauge.
- Verser les 120 gr de l'échantillon dans l'éprouvette à l'aide de l'entonnoir.
- Préparer de la même façon une seconde éprouvette.

Taper le fond de chaque cylindre à plusieurs reprises sur la paume de la main afin de déloger les bulles d'air et de favoriser le mouillage de l'éprouvette.

- Laisser les deux éprouvettes au repos pendant 10 minutes.
- Boucher les éprouvettes à l'aide des bouchons et les agiter avec la machine agitatrice.
- Agiter le cylindre pendant (30 ± 1) s puis replacer le cylindre sur la table de travail dans la position verticale.

-Répéter le processus d'agitation avec le second cylindre.

- Remplir les éprouvettes jusqu'au second trait de jauge en lavant le bouchon et les parois intérieures avec la solution lavante ,puis enfoncer le tube de façon à ce qu'il traverse le sédiment au fond du cylindre afin de récupérer toutes les impuretés et le sable au fond des tubes.

-Maintenir le cylindre en position verticale tout en laissant la solution lavante agiter le contenu et en favorisant la remontée des fines et des éléments argileux.

Ensuite, tout en faisant subir au cylindre un lent mouvement de rotation, remonter lentement et régulièrement le tube laveur.

Quand le niveau de liquide avoisine le trait repère supérieur gravé sur le cylindre, relever lentement le tube laveur et réguler le flux de façon à maintenir le liquide au niveau du trait

repère supérieur jusqu'à ce que le tube soit complètement retiré et le flux interrompu.

- Laisser reposer chaque éprouvette 20 minutes en tenant compte des décalages de temps dus aux manipulations.
- Abaisser soigneusement l'ensemble du piston dans le cylindre, jusqu'à ce que l'embase repose sur le sédiment.
- Lire les valeurs de h_1 et h_2 à l'aide du réglet au millimètre près. La hauteur h_1 correspond au niveau supérieur du floculat par rapport au fond du cylindre gradué, tandis que la hauteur du sédiment h_2 se détermine en mesurant la distance entre la face inférieure de la tête du piston et la face supérieure du manchon, en introduisant le réglet dans l'encoche du manchon (voir figure 3), et calculer ES d'après la formule suivante : $ES = h_2/h_1 \times 100$

-De la même manière, mesurer et enregistrer les hauteurs h_1 et h_2 sur le second cylindre. [30]

Tableau 2: valeurs préconisées pour l'équivalent de sable par DREUX

ES	Nature et qualité du sable
<60	Sable argileux risque de retrait ou de gonflement à rejeter pour des bétons de qualité
$60 \leq PS < 70$	Sable légèrement argileux de propreté admissible pour béton de qualité quant on ne craint pas particulièrement de retrait.
$70 \leq PS < 80$	Sable propre à faible pourcentage de fines argileuses convenant parfaitement pour les bétons de haute qualité
>80	Sable très propre l'absence presque totale de fines argileuses risque d'entraîner un défaut de plasticité du béton qu'il faudra rattraper par une augmentation du dosage en eau.

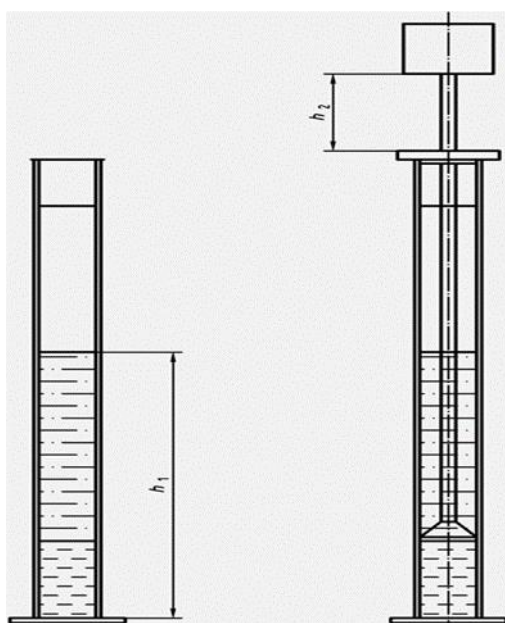


Figure 2 : dispositif de mesure de l'équivalent de sable

Préparation des solutions : (ES)

- Solution concentrée, composée des éléments suivants :

- a) chlorure de calcium cristallin, $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ou chlorure de calcium anhydre, CaCl_2 ;
- b) glycérine à 99 % de glycérol, de qualité de réactif pour laboratoire ;
- c) formaldéhyde en solution, 40 % en volume, de qualité de réactif pour laboratoire ;
- d) eau distillée ou déminéralisée.

Dissoudre (219 +/- 2) g de chlorure de calcium cristallin dans (350 +/- 50) ml d'eau distillée ou déminéralisée, laisser refroidir à température ambiante et si nécessaire, filtrer à l'aide d'un papier à filtrer à grosses ou moyennes mailles. Ajouter (480 +/- 5) g de glycérine et (12,5 +/- 0,5) g de formaldéhyde en solution et diluer à 1 l de solution avec de l'eau distillée ou déminéralisée. Mélanger vigoureusement.

NOTE 1 219 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ équivalent à 111 g de chlorure de calcium anhydre CaCl_2 .

NOTE 2 : Il est recommandé de stocker la solution concentrée à l'abri de la lumière dans des flacons en verre ou en plastique contenant (125 +/- 1) ml.

- Solution lavante, préparée en diluant (125 +/- 1) ml de solution concentrée à (5,00 +/- 0,01) l avec de l'eau distillée ou déminéralisée.

NOTE 3 : Lors de la préparation de la solution lavante, il convient tout d'abord d'agiter vigoureusement la solution concentrée puis de rincer le récipient qui la contenait à plusieurs reprises avec de l'eau distillée ou déminéralisée, en versant l'eau de rinçage dans le flacon de 5 l avant de diluer le contenu de ce dernier à 5 l.

La solution lavante ne doit pas être utilisée plus de 28 jours après sa préparation ou si elle est trouble ou si un précipité ou de la moisissure apparaissent.

Annexe 4 :

Essai au bleu de méthylène

Préparation des prises d'essai

Les échantillons de laboratoires doivent être réduits pour obtenir un sous-échantillon contenant au moins 200 g de la fraction 0/2 mm.

-Sécher le sous-échantillon à (110 +/- 5) °C jusqu'à atteindre une masse constante et le laisser refroidir.

- Eliminer toutes les particules retenues au tamis de 2 mm et, peser une prise d'essai d'une masse d'au moins 200 g.

Mode opératoire :

-Verser (500 +/- 5) ml d'eau distillée ou d'eau déminéralisée dans le bécher et ajouter la prise d'essai séchée en remuant bien avec la spatule.

-Agiter la solution de colorant ou bien la mélanger uniformément. Remplir la burette de solution colorée.

-Régler l'agitateur sur la vitesse de 600 tr/min et positionner les ailettes à environ 10 mm du fond du bécher.

-Mettre en marche l'agitateur et déclencher le chronomètre, agiter le contenu du bécher pendant 5 min à (600+/-60) tr/min ,

-Poser le papier filtre sur le dessus d'un bécher, ou d'un support approprié.

-Après une agitation de 5 min à (600+/-60) tr/min, introduire dans le bécher une dose de 5 ml de solution de colorant, agiter à (400+/-40) tr/min pendant au moins 1 min et effectuer un test à la tache sur le papier filtre. Si après l'ajout des premières 5 ml de solution de colorant l'auréole n'apparaît pas, effectuer une autre addition de 5ml de solution de colorant, continuer à agiter pendant 1 min, et faire un autre test à la tache. Si aucune auréole n'est visible, continuer à agiter en alternant les ajouts de colorant et les périodes de mélange jusqu'à apparition d'une auréole .Lorsque ce stade est atteint, continuer à agiter et sans autre ajout de solution de colorant, effectuer des tests à la tache toutes les minutes.

Si l'auréole disparaît durant les quatre premières minutes, ajouter une autre dose de 5 ml de solution de colorant.

Si l'auréole disparaît à la cinquième minute, ajouter seulement 2 ml de solution de colorant. Dans tous les cas, continuer l'agitation et les tests à la tache jusqu'à ce qu'une auréole reste visible pendant 5 min.

-Enregistrer le volume total de solution de colorant, V1 ajoutée pour obtenir une auréole qui est restée visible pendant 5 min, à 1 ml près.

- La valeur de bleu de méthylène MB ,exprimée en gramme de colorant par kilogramme de fraction 0/2 mm est obtenue à l'aide de l'équation suivante :

$$MB = (V_1/M_1)*10$$

Où :

M1 est la masse de la prise d'essai , en gramme ;

V1 est le volume total de solution de colorant injectée, en millilitres.

NOTE : Le facteur 10 dans les équations ci-dessus convertit le volume de solution colorée utilisée en masse de colorant adsorbée par kg de la fraction granulaire testée.

- Préparation de la solution du bleu de méthylène :

(Préparation de la solution à 10g/l de bleu de méthylène)

Préparer la solution de colorant à 10 g/l conformément au mode opératoire détaillé en C 1.1 à C 1.7.

- Utiliser du bleu de méthylène ; (C₁₆ H₁₈ CIN₃S, n H₂O (n=2 à 3), pureté >=98,5 %)

- Déterminer la teneur en eau, W, de la poudre de bleu de méthylène de la manière suivante :

-Peser environ 5 g de poudre de bleu de méthylène et noter la masse M_h à 0,01 g près.

-Sécher la poudre à (100 +/- 5) °C jusqu'à arriver à une masse constante. Refroidir dans le dessiccateur, peser immédiatement après retrait du dessiccateur. Noter la masse sèche, M_g, à 0,01 g près.

-Calculer et noter la teneur en eau , W à la décimale près , à l'aide de l'équation suivante :

$$W = (M_h - M_g / M_g) * 100$$

Où :

M_h est la masse de la poudre de bleu de méthylène, en grammes.

M_g est la masse sèche de la poudre de bleu de méthylène, en grammes.

La teneur en eau doit être déterminée lors de la préparation de chaque nouveau lot de solution colorée.

- Prélever une masse de poudre de bleu de méthylène égale $[(100+W)/10g] \pm 0,01$ g (équivalent à 10 g de poudre sèche).

- Chauffer 500 ml à 700 ml d'eau distillée ou déminéralisée dans un bécher. La température n'excédant pas 40°C.

- Agiter le contenu du bécher en ajoutant lentement la poudre de bleu de méthylène dans l'eau chaude.

Continuer l'agitation pendant 45 min, jusqu'à dissolution complète de la poudre puis laisser refroidir jusqu'à environ 20°C.

- Transvaser dans une fiole d'une capacité d'un litre. Rincer avec de l'eau distillée ou déminéralisée pour s'assurer que la totalité du colorant a été versée dans la fiole. S'assurer que la fiole et l'eau sont à la température de (20 ± 1) °C conformément à la capacité de la fiole et ajouter de l'eau distillée ou déminéralisée jusqu'à la graduation de 1 l.

- Secouer la fiole pour s'assurer de la complète dissolution et verser le contenu dans un flacon de conservation en verre teinté.

Les indications suivantes doivent être inscrites sur le flacon de conservation :

a) solution à 10g/l de bleu de méthylène ;

b) date de la préparation ;

c) date limite d'utilisation

La solution au bleu de méthylène ne doit pas être utilisée au delà de 28 jours après sa préparation. La solution de réserve de colorant doit être conservée à l'abri de la lumière.

➤ Los Angeles

- Matériel utilisé.

-La machine Los Angeles comporte :

1-un cylindre creux en acier de $12 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ d'épaisseur, fermé à ses deux extrémités, ayant un diamètre intérieur de $711 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ et une longueur intérieure de $508 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$. Le cylindre est supporté par deux axes horizontaux fixés à ses deux parois latérales, mais ne pénétrant pas à l'intérieur du cylindre ; le montage est tel que le cylindre peut ainsi tourner sur son axe qui doit être horizontal.

2- une ouverture de 150 mm de largeur, sur toute la longueur du cylindre, permet d'introduire l'échantillon. Pendant l'essai, cette ouverture est obturée d'une façon hermétique aux poussières par un couvercle amovible tel que la surface intérieure reste bien cylindrique. Cette dernière est coupée par une tablette en saillie placée à une distance de 40 cm du rebord du couvercle, distance mesurée le long du cylindre dans le sens de la marche. Cette tablette démontable, en acier dur est de section rectangulaire (longueur égale à celle du cylindre, largeur de $90 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$, épaisseur de 25 mm). Elle repose, suivant un plan diamétral, le

long d'une génératrice et est fixée par des boulons sur les parois latérales. Elle doit avoir des arêtes vives.

3- la charge est constituée par des boulets sphériques de 47 mm de diamètre environ et pesant 420 et 445 g. Ces boulets ne doivent pas s'user de façon trop irrégulière.

4- Un moteur assurant au tambour de la machine : une vitesse de rotation comprise entre 30 et 33 tours par minute.

5- un bac destiné à recueillir les matériaux après essai.

6- un compte tours de type rotatif, arrêtant automatiquement le moteur au nombre de tours voulu.

-Préparation du matériau.

Effectuer l'essai sur un granulat, ayant une granularité conforme à l'une des six classes granulaires type (tableau 3), lavé et séché à l'étuve à 105°C jusqu'à poids constant.

La prise d'essai sera de 5 kg.

La préparation se fait de la façon suivante :

- On tamise les échantillons à sec dans des tamis qui sont respectivement de mailles 10 et 14 mm .
- On lave chaque fraction séparément, et on la sèche dans l'étuve à 105 °C jusqu'à l'obtention de la masse constante.
- On laisse l'échantillon refroidir à la température ambiante et on mélange les deux fractions pour obtenir un échantillon représentatif.

-Exécution de l'essai

- On tourne manuellement le cylindre afin de positionner l'ouverture vers le haut de l'appareil.
- On met en place l'échantillon dans la machine ainsi que la charge de boulets relatifs à la classe granulaire choisie (voir tableau suivant).
- On replace le couvercle et on serre les boulons de fixation.
- On commence l'essai en faisant effectuer à la machine en 500 tours./mn
- On enlève le granulat après l'essai.
- On recueille le granulat dans le bac inférieur, tout en évitant la perte du matériau ou d'en laisser dans le cylindre.
- On tamise le matériau contenu dans le bac à l'aide du tamis 1.6 mm.
- On lave le refus au tamis de 1.6 mm, on le laisse sécher dans l'étuve à 105C°, jusqu'à masse constante.
- On pèse ce refus une fois séché, soit m le résultat de la pesée.

Tableau 3 : Représentation de la relation entre les classes granulaires, le nombre de boulets et le nombre de tours selon la norme NF EN1097-2/A1.

Classe granulaire (mm)	Nombre de boulets	Nombre de tours(tours/mn)
4-6.3	7	500
4-8	8	500
6.3-10	9	500
8-12.5	10	500
10-14	11	500
12.5-16	12	500
31.5-50	12	1000