

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique



Ecole Nationale Polytechnique

Département Génie Minier

Mémoire de Projet de Fin d'Etudes pour l'obtention
Du Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie Minier

**Calcination du Phosphate de Djebel-Onk pour la Production des
Superphosphates**

Présenté par :

Mr. BEHLOULI Mohammed

Devant le jury :

Dr. OULD HAMOU. M	Président
Dr. AKKAL. A	Examineur
Dr. DERAMCHI. K	Promotrice

Promotion Juin 2014

Dédicace

*Je dédie ce travail à la lumière de mes jours, mes très chers
parents,*

A mes frères et sœurs, surtout ma petite sœur Loubna,

A mes oncles et mes tantes,

A toute la famille BELLOULLI,

A toute la famille BELLI,

A toute la promotion 2014 de Génie Minier

A tous mes amis,

Et à tous ceux qui m'aiment...

.... Mohammed

Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens à remercier Dieu avant tout ;

Je tiens à remercier tous ceux qui ont participé à la réalisation de cette thèse et qui n'a été possible que grâce au soutien de nombreuses personnes, que chacune trouve dans les premières phrases de cette thèse l'expression de ma profonde et sincère reconnaissance.

Je tiens tout d'abord à exprimer mes remerciements à ma promotrice Dr. K. DERAMCHI, pour son inspiration constante, ses orientations enrichissantes et son encadrement scientifique, ce qui a permis de donner plus de valeur à l'ensemble de ce travail.

Le président du jury : Dr. M. OULD HAMOU qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse, je lui remercie pour son aide pendant tout mon cursus d'ingénieur comme notre chef de département

L'examineur : Dr. A. AKKAL pour avoir accepté de participer à l'évaluation de ce travail. Et pour ses conseils et orientations pendant toute l'année.

J'adresse aussi mes remerciements à l'ensemble des enseignants au niveau de département Génie Minier de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.

Les responsables de laboratoire de Génie Minier, Mr. A. KAIS. Et 3ami Mustafa pour leur aide et patience durant tout le temps qu'on a passé avec eux dans laboratoire

L'ensemble des personnels du complexe minier de Djebel-Onk, administrateurs et travailleurs, ainsi que tous les personnels du laboratoire.

Mes remerciements sont adressés aussi à tous ceux qui ont participé de près ou de loin et dont leurs noms ne figurent pas sur cette liste.

.....Mohammed

ملخص

الفوسفات هو مادة ضرورية لحياة الكائنات النباتية غير قابل للتعويبض. الجزائر تملك احتياطات معتبرة من الفوسفات بحيث الجزء الكبير من هذه الاحتياطات يتمركز في الجهة الشرقية للبلد. وبالتحديد في منطقة جبل العنق هذا الاخير يغطي حقول من الفوسفات يحتوي على نسبة 26 بالمئة من P2O5.

في هذا العمل, سوف نقوم بتجارب اغناء عن طريق عملية الطوف و الحرق للمادة الخامة لفوسفات جبل العنق من أجل الحصول على منتج مركز لإنتاج الأسمدة من نوع فوسفات ممتاز بسيط و ثلاثي (TSP, SSP)

بعد القيام بهذه الدراسة حصلنا على منتج مركز ذو كثافة قريبة من كثافة الاباتيت الصافي. وهذا ما يدل على ان درجة النقاوة كبيرة. وقابلة لإنتاج اسمدة الفوسفات الممتاز

الكلمات المفتاحية

P2O5, TPL, فوسفات. اغناء. حرق. طفو. جبل العنق.

Résumé

Le phosphate est une matière minérale insubstituable et indispensable à la vie des végétaux. L'Algérie possède des grandes réserves en phosphate dont la grande partie de ces ressources se concentre dans l'Est, exactement dans la région de Djebel-Onk, cette dernière recouvre des gisements titrant environ 26 % de P2O5.

Dans ce travail, on va faire des essais d'enrichissement par flottation et par calcination sur le toutvenant de phosphate de Djebel-Onk pour le but d'obtenir des concentrés permettent de produire des engrais phosphatés de type superphosphate simple et triple (SSP, TSP).

Après la réalisation de cette étude, on a arrivé à des concentrés avec des densités très proches de la densité d'apatite pure, ce qui signifie que les teneurs atteints sont élevées et permettent de fabriquer les superphosphates.

Mots clés :

Phosphate, Enrichissement, calcination, flottation, Djebel-Onk, TPL, P2O5.

Abstract

Phosphate is an insubstituable and indispensable mineral in the life of vegetation. Algeria possesses large reserves of phosphate, the largest of which is found to East of the country, in the Djebel-Onk region, where we find ore-bodies with up to 25% of P₂O₅.

In this project, we will carry out mineral processing experiments by flotation and calcination on natural ore of phosphate from Djebel-onk with the aim of obtaining concentrates which produce phosphate fertilisers of the type triple and simple superphosphates

After this study, we obtained concentrates with densities close to that of pure apatit, which signifies that the purity reached were so high they can be used for the manufacture of super phosphates.

Key words:

Phosphate, mineral processing, calcination, flotation, Djebel-Onk, TPL, P₂O₅.

SOMMAIRE:

Introduction générale.....	1
I.1- Introduction :	2
I.2- Définitions :	2
I.2.1- Le phosphore :	2
I.2.2- Le phosphate :	2
I.3- L'origine des phosphates :	3
I.4- Les différentes formes minéralogiques du phosphate :	4
I.4.1- Particules de minéraux phosphatés :	4
I.4.2- Précipités de surface	5
I.4.3- Formes occluses	5
I.5- Les types de phosphates (minéraux phosphatés) :	6
I.6- Usage des phosphates :	7
I.7- Généralités sur les engrais:	8
I.8- Les impacts des rejets phosphatés:	10
II.1- Introduction :	11
II.2- Les gisements de phosphate naturel :	11
II.3- Réserves et ressources mondiales de phosphates naturels :	12
II.4- Production mondiale de phosphate :	13
II.5- Statistique de production et réserves mondiale en phosphate :	14
II.6- Le phosphate en Algérie :	15
II.7- Le gisement du phosphate de Djebel-Onk :	16
II.7.1- Historique du complexe de Djebel Onk :	16
II.7.2- Organigramme du complexe Djebel Onk :	17
II.7.3- Situation géographique de Djebel Onk:	17
II.7.4- Géologie du gisement:	18
II.7.4.1- Stratigraphie :	19
II.7.4.2- Tectonique régionale :	22
II.7.5- L'exploitation du gisement de Djebel-Onk :	23
II.7.6- Production objective de l'année 2014 :	25
II.7.7- Traitement du phosphate de Djebel-Onk :	25

II.8- Conclusion :	27
III.1- Introduction :	28
III.2- La préparation mécanique :	28
III.2.1- Le concassage :	28
III.3- Valorisation par gravimétrie :	30
III.3.1- Méthodes basées sur la gravité :	30
III.4- Enrichissement par flottation :	32
III.4.1- Principe de la flottation :	33
III.4.2- Réactifs de flottation :	33
III.4.3- Les principaux équipements de flottation :	35
III.4.4- Paramètres influençant sur l'opération de flottation :	37
III.5-La calcination:	37
III.5.1- Les effets générés lors du processus de calcination :	37
III.5.2- Fours utilisés pour la calcination :	38
III.5.3- Caractéristiques de quelques fours de calcination :	39
III.6- Conclusion :	39
IV.1- Introduction :	40
IV.2- Composition et origine de la roche de phosphate de Djebel-Onk :	40
IV.3- Caractéristiques minéralogiques :	40
IV.4- Prélèvement des échantillons :	41
IV.5- Préparation des échantillons pour les analyses au laboratoire :	42
IV.5.1- Concassage :	42
IV.5.2- Echantillonnage :	43
IV.6- Caractérisation physique :	45
IV.7- Analyse granulométrique :	46
IV.7.1- Principe de l'essai :	46
IV.7.2- Mode opératoire :	46
IV.7.3- Résultats et graphes obtenus :	47
IV.7.4- Interprétation des courbes granulométriques :	52
IV.8- Conclusion :	53
V.1- Introduction :	54
V.2- La préparation mécanique :	54

V.2.1- Le concassage :	54
V.2.2- L'échantillonnage (Division):	54
V.2.3- Le broyage.....	54
V.3- Les paramètres étudiés lors de l'opération de flottation :	56
V.3.1- Les paramètres fixes :	56
V.3.2- Le paramètre à changer :	56
V.4- Les réactifs de flottation :	56
V.5- La densité de la pulpe (rapport solide-liquide) :	56
V.6- Protocole expérimental :	57
V.7- Schéma technologique de flottation :	59
V.8- Influence de la granulométrie sur le poids des échantillons :	60
V.8.1- Interprétation des graphes :	62
V.9- Rendement en poids :	62
V.9.1- Commentaires :	63
V.10- Analyses densimétriques :	64
V.11- Conclusion :	66
VI.1- Introduction :	67
VI.2- Objectif de travail :	67
VI.3- Présentation du matériel utilisé lors de la calcination :	68
VI.3.1- Le four de calcination :	68
VI.3.2- Les creusets en porcelaine :	68
VI.3.3- La balance de précision :	69
VI.4- Calcination du minerai brut de Djebel-Onk :	70
VI.4.1- Influence de la température sur le minerai brut (beige et noir) :	70
VI.4.2- Influence de temps de séjour sur la calcination du toutvenant:	75
VI.4.3- Influence de la granulométrie sur l'opération de la calcination :	78
VI.5- La calcination du concentré de flottation :	80
VI.6- Comparaison entre la calcination du toutvenant et la calcination du produit de flottation.....	83
VI.7- Conclusion :	84
Conclusion générale.....	85

Annexes

Bibliographie

Liste des Tables :

Chapitre I

Tableau 1-1 : Pourcentage massique de certains éléments dans différentes roches de phosphate.....4

Tableau 1-2: Les types de phosphates (minéraux phosphatés).....6

Chapitre II

Tableau 2-1 : production et réserves mondiales par pays de phosphate naturel (2011-2012) selon « USGS-2013 ».....14

Tableau 2-2 : les réserves géologiques du gisement de Djebel-Onk (en tonne).....23

Tableau 2-3 : les engins programmés pour la production objective en 2014.....25

Chapitre IV

Tableau 4-1 : La composition minéralogique de phosphate de Djebel-Onk.....41

Tableau 4-2 : résultats d'analyse granulométrique d'un échantillon de phosphate beige de Djebel-Onk.....48

Tableau 4-3 : résultats d'analyse granulométrique d'un échantillon de phosphate (Noir) de Djebel-Onk.....50

Tableau 4-4 : résultats de calcul des coefficients Cu et Cc.....53

Chapitre V

Tableau 5-1 : Les poids obtenus après flottation pour les deux échantillons (TV-B, TV-N).....60

Tableau 5-2 : Le rendement en poids des concentrés récupérés.....62

Tableau 5-3 : Résultats d'analyse densimétrique.....65

Chapitre VI

Tableau 6-1 : Effet de la température sur la masse du toutvenant.....73

Tableau 6-2 : résultats de la perte au feu en fonction de temps de calcination.....76

Tableau 6-3 : résultats de la variation des classes granulométriques.....78

Tableau 6-4 : Résultats de calcination du concentré de flottation.....81

Tableau 6-5 : résultats de densité dans les deux cas de traitement.....83

Liste des Figures :

Chapitre I

Figure I-1 : Schéma de fabrication des engrais phosphatés simples et composés.....9

Chapitre II

Figure II-1 : Localisation des Gisements potentiellement économiques de phosphates dans le monde.....12

Figure II-2 : les réserves mondiales de phosphate.....13

Figure II-3 : Carte de situation géographique et géologique des gisements de Djebel Onk (D'après Prian et Cortial, 1993).....18

Figure II-4 : Colonne stratigraphique de la région de Djebel Onk – Algérie Orientale.....21

Figure II-5 : Carte structurale de la région du Djebel Onk à l'intérieur du bassin de Gafsa-Métlaoui-Onk (d'après Aissaoui, 1984 in Chabou-Mostefai, 1987).....22

Chapitre III

Figure III-1 : Modes de concassage.....29

Figure III-2 : principe de fonctionnement de la table à secousse.....31

Figure III-3 : principe de la séparation par milieu dense.....32

Figure III-5 : colonne de flottation.....36

Figure III-4 : Cellule de flottation.....36

Chapitre IV :

Figure IV-1 : Concasseur à cône giratoire de type DENVER.....42

Figure IV-2 : Rifleur du laboratoire de Génie Minier.....44

Figure IV-3 : Echantillonneur automatique de type Retsch- PT 100.....44

Figure IV-5 : Courbe granulométrique de l'échantillon de phosphate beige.....49

Figure IV-6 : Courbe granulométrique de l'échantillon du phosphate noir.....51

Chapitre V :

Figure V-1 : Broyeur à billes de type Retsch - PM 100.....	55
Figure V-2 : Cellule de flottation utilisée au laboratoire de génie minier.....	58
Figure V-3 : Schéma technologique de flottation.....	59
Figure V-4 : La quantité récupérée en fonction de la granulométrie (échantillon beige).....	61
Figure V-5 : La quantité récupérée en fonction de la granulométrie (échantillon noir).....	61
Figure V-6 : Le rendement pondéral en fonction de la granulométrie des échantillons (TV-B et TV-N.....	63
Figure V-7 : La densité du concentré de flottation en fonction de la granulométrie..	65

Chapitre VI :

Figure VI -1 : Four de laboratoire de type Carbolite.....	68
Figure VI-2 : creuset en porcelaine utilisé dans la calcination.....	69
Figure VII-3 : Balance de précision de type KERN.....	69
Figure VI-4 : changement de couleur des échantillons beiges après calcination....	71
Figure VI-5 : La perte à la masse en fonction de la température.....	73
Figure VI-6 : la densité en fonction de température.....	74
Figure VI-7 : la perte à la masse en fonction de temps de calcination.....	76
Figure VI-8 : La densité en fonction de temps de calcination.....	77
Figure VI-9 : la perte de masse en fonction de la granulométrie.....	79
Figure VI-10 : la densité en fonction de la granulométrie.....	79
Figure VI-11 : La perte à la masse en fonction de la granulométrie du concentré de flottation.....	82
Figure VI-12 : La densité du concentré de flottation après calcination.....	82

Introduction Générale :

L'industrie minière joue un rôle très important dans l'économie nationale. Le sous-sol algérien contient des ressources minérales et des diverses substances utiles, parmi elles on peut citer : le fer, le plomb, le zinc, les argiles, la baryte et les phosphates. Ces derniers se localisent dans l'Est du pays, et sont extraits à partir des gisements de la région de Djebel-Onk située dans la wilaya de Tébessa. Ils sont exploités par la Société Minière des Phosphates (SO.MI.PHOS)- filiale de FERPHOS. Les ressources prouvées sont estimées à plus de 2 milliards de tonnes de phosphate. Avec ces énormes réserves l'Algérie se classe parmi les quatre pays possédant les grandes réserves de phosphate en monde.

Le minerai brut de phosphate de Djebel-Onk titrant environ à 26 % de P_2O_5 , cette teneur se considère comme une teneur moyen qui peut être améliorée par différentes procédés d'enrichissement selon les exigences du client.

Dans le présent travail, nous allons effectuer des essais de calcination sur le toutvenant ramené du complexe de Djebel-Onk, pour le but d'obtenir des produits marchands employés pour la production des engrais phosphatés de type superphosphate (simple SSP, et triple TSP), ce type d'engrais nécessite des concentrés de phosphate dont la teneur est élevée dans le cas des triples-superphosphates (TSP).

Cette thèse d'ingénieur sera structurée de la manière suivante :

Partie générale (bibliographique) : cette partie comporte trois chapitres tel que :

- Chapitre I : Généralités sur les phosphates et les engrais.
- Chapitre II : Le phosphate en Algérie-Gisement de Djebel-Onk.
- Chapitre III : Méthodes de traitement des phosphates.

Partie expérimentale : dans cette partie, nous allons effectuer des études expérimentales sur les échantillons bruts de phosphate, pour cela on a divisé cette partie en trois chapitres :

- Chapitre IV : Caractérisation du phosphate de Djebel-Onk
- Chapitre V : Enrichissement du phosphate par flottation
- Chapitre VI : Calcination du phosphate de Djebel-Onk.

PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : Généralités sur les phosphates et les engrais

I.1- Introduction :

Le phosphore (P) est un élément qui est largement distribué dans la nature. Il est considéré, avec l'azote (N) et le potassium (K), comme un constituant fondamental de la vie des plantes et des animaux. Le phosphore a un rôle dans une série de fonctions du métabolisme de la plante et il est l'un des éléments nutritifs essentiels nécessaires pour la croissance et le développement des végétaux. Il a des fonctions à caractère structural dans des macromolécules telles que les acides nucléiques et des fonctions de transfert d'énergie dans des voies métaboliques de biosynthèse et de dégradation. A la différence du nitrate et du sulfate, le phosphate n'est pas réduit dans les plantes mais reste sous sa forme oxydée la plus élevée (1).

Cet élément nutritif est absorbé par les plantes dans la solution du sol en tant qu'anion orthophosphate monovalent et divalent (HPO_4) et (H_2PO_4), chacun représentant 50 pour cent du phosphore total à un pH proche de la neutralité (pH 6 à 7). A pH 4-6, H_2PO_4 représente environ 100 pour cent du phosphore total en solution. A pH 8, H_2PO_4 représente 20 pour cent et HPO_4 80 pour cent du phosphore total (2).

I.2- Définitions :

I.2.1- Le phosphore :

C'est un élément chimique de la famille de pnictogène, de symbole P et de numéro atomique 15. Le phosphore se présente sous plusieurs formes de couleurs différentes : blanc-jaune, rouge et violet-noir. Très pur, le phosphore (blanc) est transparent ; plus généralement, il est blanc ambré, légèrement malléable avec une faible odeur d'ail, les formes rouge et noire peuvent se présenter en poudre ou cristallisées. Le nom dérive du mot grec **fosforos** qui signifie porteur de lumière. Le nom a été attribué au fait que le phosphore blanc émet de la lumière visible dans l'obscurité quand il est exposé à l'air. (3)

I.2.2- Le phosphate :

C'est une matière minérale provenant de gisements naturels. Ce sont en général, des minerais d'origine ignée ou des dépôts sédimentaires de fluor-apatite carbonatée de formule $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_{6-x}\text{F}_2(\text{F},\text{CO}_3)_x$, de chlorapatite $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{CaCl}_2$ ou d'hydroxyapatite $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{Ca}(\text{OH})_2$, aux fortes substitutions qui interviennent dans le réseau cristallin des apatites sédimentaires de formules générales : $\text{Ca}_{10-x}(\text{Al}, \text{Mg}, \dots)_x (\text{PO}_4)_{6-y} (\text{CO}_3, \text{F}, \text{SO}_4, \dots)_y \text{F}_{2-x} (\text{OH})_z$ (2) ; (3)

Une importance est donnée aux principales substitutions possibles des groupements PO_4^{3-} par (CO_3^{2-}) , (SO_4^{2-}) , de F^- dans les canaux de la structure de l'apatite par CO_3^{2-} et OH^- . Par ailleurs, ces substitutions cationiques ou anioniques sont une source d'éléments gênants ou potentiellement toxiques tels que Mg, Sr, Cd, As, Ra,... ou de sous-produits tels que des éléments des terres rares et radioactifs, potentiellement valorisables lors de la conversion du concentré de phosphate en acide phosphorique.

La richesse d'un minerai désigné souvent sous le terme de phosphate s'exprime par sa teneur en équivalents P_2O_5 , suivant les gisements et l'enrichissement minéralogique subi. La qualité d'un phosphate s'apprécie par sa teneur en P_2O_5 , ainsi que par la nature et les teneurs des diverses impuretés incluses dans la matrice et dans la gangue minérale. (4)

I.3- L'origine des phosphates :

La roche de phosphate peut être de deux origines différents: sédimentaire ou volcanique, tous les deux associés avec un grand nombre d'impuretés.

Les minerais sédimentaires ont des couches relativement homogènes bien que chacune d'elles a ces propres caractéristiques. Le taux d'impuretés dans les phosphates sédimentaires dépend des conditions spécifiques locales, qui sont quand même très similaires. Comparés aux phosphates d'origine volcanique, les phosphates sédimentaires contiennent plus de carbonates, de fluorures et souvent plus d'aluminium et de fer. Etant poreux, les phosphates sédimentaires offrent une plus grande aire pour les réactions chimiques. La majorité des minerais sédimentaires contiennent des matières organiques qui peuvent générer des mousses durant la production de l'acide (5).

D'autre part, les phosphates d'origine volcanique diffèrent non seulement entre eux, mais aussi ils peuvent être différents dans la même mine.

D'autres types de phosphates de moindre importance, existent aussi tels que les phosphates métamorphiques qui sont une forme intermédiaire de phosphate et sont plus complexes. Ce sont généralement des roches sédimentaires qui ont subi des altérations dues à la température et la pression, donnant lieu à une recristallisation. A cause de leur origine sédimentaire, ils contiennent les mêmes impuretés que les phosphates sédimentaires.

Les phosphates calcinés sont aussi une autre forme de phosphate, souvent de nature sédimentaires et ayant subi un métamorphisme artificiel par chauffage, éliminant ainsi certains composés indésirables tels que le dioxyde de carbone et d'autres organiques. La calcination affecte la réactivité du phosphate et fait promouvoir la formation de sulfures qui peuvent engendrer une corrosion assez importante dans la section de réaction.

Le tableau A-1 ci-dessous présente les différents pourcentages massiques des minéraux constituant les phosphates d'origine sédimentaire et volcanique de diverses régions à travers le monde.

Roche de phosphate	P ₂ O ₅	F	CO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO
Origine sédimentaire						
Floride (USA)	31.3	3.6	3.7	5.6	1.3	0.5
Khouribga (Maroc)	32.9	4.1	4.8	2	1.4	0.3
Elhassa (Jordanie)	32.8	3.7	4.7	1.6	0.5	0.4
Aboutartur (Egypt)	30	3.1	2.8	2.1	1.4	1
Kneifis (Syrie)	32.8	4	3.9	1.2	0.1	0.2
Hong He Zhou(chine)	31.9	3.1	-	14.7	1.35	0.35
Origine volcanique						
Palfos80M(Afrique du sud)	36.5	2.2	4.2	0.71	0.06	1.49
Palfos88S(Afrique du sud)	40.2	2.38	1.3	0.45	0.05	0.53
Palfos88I(Afrique du sud)	39.9	2.35	1	1	0.35	0.51

Tableau 1-1 : Pourcentage massique de certains éléments dans différentes roches de phosphate (5)

Remarque :

Selon le tableau, on constate que les roches phosphatées de type volcanique contiennent plus d'acide phosphorique (P₂O₅) que celles de nature sédimentaire.

I.4- Les différentes formes minéralogiques du phosphate :

Selon Chang, Jackson et Williams le phosphore minéral présent dans les sols et les sédiments peut être divisé en trois classes : les particules de minéraux phosphatés, les précipités de surface et les formes occluses.(6), (7)

I.4.1- Particules de minéraux phosphatés :

Seuls les composés phosphatés majeurs trouvés dans les sédiments sont décrits ci-après:

✚ phosphates de calcium (p-Ca)

- Apatite = $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{X})$ avec $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{OH}$ (fluoroapatite, chloroapatite, hydroxyapatite),
- Hydrogénophosphate de calcium dihydraté = $\text{CaHPO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$ et sa forme déshydratée, la monoérite = CaHPO_4 .
- Dihydrogénophosphate de calcium monohydraté = $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2, \text{H}_2\text{O}$.
- Phosphate d'octacalcium pentahydraté = $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6, 5\text{H}_2\text{O}$,
- Phosphate tricalcique = $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$,

✚ phosphates d'aluminium (P - Al)

- Variscite = $\text{Al PO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$,
- Wavellite = $\text{Al}_3(\text{PO}_4)_2(\text{OH})_3, 5\text{H}_2\text{O}$.

✚ phosphates de fer (P - Fe)

- Strengite = $\text{FePO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$
- Vivianite = $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2, 8\text{H}_2\text{O}$,
- Dufrenite = $\text{Fe}^{\text{II}}\text{Fe}_4^{\text{III}}(\text{PO}_4)_3(\text{OH})_5, 2\text{H}_2\text{O}$.

✚ phosphates doubles de fer et d'aluminium

- Barrandite = $(\text{Al}, \text{Fe})\text{PO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$.

Parmi ces composés, ceux que l'on rencontre le plus fréquemment sont la fluoroapatite et les phosphates de fer.

I.4.2- Précipités de surface

Il s'agit des cristaux précédemment décrits mais précipités à la surface de certaines particules:

- Phosphates de calcium précipités sur des carbonates de calcium,
- Phosphates d'aluminium précipités sur des aluminosilicates ou sur la gibbsite,
- Phosphates de fer précipités sur des oxydes de fer.

I.4.3- Formes occluses

Les principales formes occluses sont les suivantes:

- phosphates de calcium inclus dans des matrices de carbonate de calcium, de silice
- phosphates d'aluminium inclus dans des matrices d'oxydes de fer,
- phosphates de fer solubles en milieu réducteur et inclus dans des oxydes de fer,
- phosphates de fer, d'aluminium et phosphates doubles de fer et d'aluminium inclus dans des oxydes de fer.

I.5- Les types de phosphates (minéraux phosphatés) :

Les types de phosphate sont résumés dans le tableau (A-3) ci-dessous tel que le poids spécifique, la dureté, la couleur et la formule chimique :

Désignation	Poids spécifique	Dureté	Couleur	Formule chimiques
Xenotime	4,4 → 5,1	4,5	Brun, jaunâtre	YPO_4
Monazite	4,6 → 5,4	5,0 → 5,5	Brun, rouge, vert	$(Ce,La,Th)PO_4$
Ambylgonite	2,9 → 3,1	5,5 → 6,5	Blanc à lait	$(Li,Na)Al.(PO_4)_2(Fe,OH)$
Apatite	3,0 → 3,2	5,0	Vert, bleu, transparent	$Ca_5(PO_4)_3(F, Cl, OH)$
Pyromorphite	6,5 → 7,1	3,5 → 4,0	Variable	$Pb_5(PO_4)_3Cl$
Turquois	2,6 → 2,8	5,0 → 6,0	Bleu ciel, vert	$Cu,Al_6(PO_4)_4(OM)_8.5H_2O$
Chalcosiderite	3,25	4,5	Vert, transparent	$CuFe_2(PO_4)_2(OH) 8H_2O$
Libethentite	3,9	4,0	Vert olive	$PO_4 OH$
Iazulite	3,1	5,0 → 6,0	Bleu azure	$(Mg, Fe) Al_2(PO_4)_4(OH)_3 8H_3 O$
Wavelline	2,3	3,5 → 4,0	Incolore, blanc	$Al_3(PO_4)_2(OH)_3.5H_2O$
Childrenite	3,2	5	Brun, jaune	$(Fe,Mn)Al(P_0_4)(OH)2H_2O$
Pseudomalachite	4 → 4,3	4,5 → 5,0	Vert	$Cu_5(P_0_4)_2(OH) 4H_2O$
Vaniscitestrengite	2,6 → 2,9	3,5 → 4,5	Vert pale	$Al(P_0_4)2H_2O,Fe(P_0_4)2H_2O$
Lithiophylite	3,3 → 3,5	4,0 → 5,0	Gris, bleuâtre	$Li(Fe,Mn)P_0_4$
Ludlomite	3,1 → 3,2	3,5	Vert	$(Fe,Mg,Mn)_3(P_0_4)_2.4H_2O$
Vivanite	2,6 → 2,7	1,5 → 2,0	transparente	$Fe_3(P_0_4)8H_2O$

Tableau 1-2: Les types de phosphates (minéraux phosphatés)

I.6- Usage des phosphates :

Les engrais, les détergents, l'alimentation animale, le traitement des métaux, et dans la chimie organique, les plastifiants, les insecticides et les additifs pour essences et huiles lubrifiantes. Constitue l'essentiel des débouchés du phosphate.

- L'industrie des engrais consomme la grande partie de la production mondiale de phosphate naturel. L'acide sulfurique et le phosphate naturel sont les matières premières utilisées dans la production du superphosphate simple (SSP) et de l'acide phosphorique. L'acide phosphorique est un produit intermédiaire important employé pour préparer le superphosphate triple (TSP) et les phosphates d'ammonium. Les formulations complexes fortement concentrées forment maintenant la principale production de l'industrie mondiale des engrais **(8), (9)**.
- L'acide phosphorique est le principale dérivé de la chimie de phosphate, il peut être fabriqué par voie sèche ou humide, c'est l'intermédiaire quasi indispensable pour l'élaboration de la plus part des produits utilisés dans l'industrie des engrais.
- Le minerai, en général de phosphate de calcium, peut être épandu directement sur les terres acides, après avoir été finement broyé. Ayant tendance à se combiner au calcium, ce qui le rend moins assimilable, il doit être rendu plus hydrosoluble, avant d'être employé sur les sols calcaires, pour accroître son assimilation par les plantes.
- Le phosphate est également utilisé à des fins industrielles et pour la production de compléments alimentaires pour animaux et de produits alimentaires. Une autre utilisation importante est la fabrication de phosphore élémentaire et de ses dérivés, en particulier le tripolyphosphate de sodium, un composant important des détergents puissants de blanchisserie **(10)**.
- L'industrie chimique absorbe une légère partie de la production mondiale de phosphate, notamment pour le traitement des eaux, dans les plastiques, les insecticides, les pesticides et les détergents, en pharmacie et dans l'alimentation humaine.
- Un autre domaine de l'industrie chimique du phosphate est constitué par la production de **tubes de lumières fluorescents**. Des tonnes d'apatites fluorées et chlorées dopées sur en magnésium et antimoinés sont produites annuellement à cette fin, des apatites dopées aux terres rares sont aussi en cours de développement pour les lasers.
- Les nouveaux développements de l'industrie de phosphate se situent dans un **domaine médical de pointe**, celui des **biomatériaux**. le développement de biocéramique apatitique ou de polymères chargés en apatites comme matériaux pour les os de remplacement ou des implants dentaires est à l'étude. les hydroxyapatites, quant à elle, sert à recouvrir les parties métallique des prothèses osseuses.

I.7- Généralités sur les engrais:

Les premiers engrais utilisés ont été des engrais naturels venant, soit des plantes elles-mêmes (tel que l'humus..etc.). Soit des animaux (purins,...etc.). Pour répondre à une demande croissante et plus différenciée on a été amené à créer des engrais artificiels, ou engrais chimiques suivant les méthodes de stockage et d'épandage d'engrais sur les cultures ceux-ci se présentent sous les formes :

- Engrais liquides.
- Engrais solides pulvérulents.
- Engrais solides granulés : Cette dernière forme étant la variété la plus couramment utilisés.

I.7.1-Définition des engrais :

Les engrais sont le plus souvent des mélanges d'éléments minéraux, destinées à apporter aux plantes des compléments d'éléments nutritifs de façon à améliorer leur croissance et augmenter le rendement et la qualité des cultures.

Généralement, les engrais sont incorporés au sol, mais ils peuvent aussi être apportés par l'eau d'irrigation

Cette dernière technique est employée aussi bien pour les cultures en sol (traditionnelles).

Une autre technique particulière, la culture hydroponique, permet de nourrir les plantes sans aucun substrat.

Les racines se développent dans les gouttières où se circule une solution nutritive (eau + engrais). La composition et la concentration de la solution nutritive doivent être constamment réajustées.

Les engrais furent utilisés depuis l'antiquité, ou l'on ajoutait au sol, de façon empirique, les phosphates des os (calciné ou non), l'azote des déjections animales et humaines le potassium de cendres.

I.7.2- Les engrais phosphatés:

I.7.2.1- Les engrais phosphatés simples:

Il s'agit essentiellement de phosphate moulu, de phosphates calcinés et de superphosphates simples et triples :

- **Les phosphates moulus** : sont obtenus par broyage très fin du minerai de phosphate, leur teneur moyenne varie entre 26 et 33 % de P_2O_5 .
- **Les phosphates calcinés** : sont obtenus après broyage et calcination du phosphate à haute température de l'ordre de 600 – 1000 °C. ils sont moins en moins utilisés à cause de leur cout énergétique élevé.

- **Le superphosphate simple (SSP)** : est obtenu par attaque du phosphate par l'acide sulfurique (H_2SO_4), c'est un engrais à bas titre (20 % P_2O_5). La réaction est la suivante :



- **Le superphosphate triple (TSP)** : est obtenu par réaction entre le phosphate et l'acide phosphorique (H_3PO_4), c'est un engrais d'un seul élément fertilisant contenant plus de 35 % de P_2O_5 . La réaction est comme suit :



I.7.2.2- Les engrais phosphatés composés :

Il s'agit d'une famille d'engrais composés obtenus par la réaction de l'acide phosphorique sur l'ammoniac et qui produit à la fois du P_2O_5 et de l'azote (N).

- **Le phosphate monoammonique (MAP)** : est obtenu par la neutralisation de l'acide phosphorique par NH_3 .
- **Le phosphate diammonique (DAP)** : est obtenu grâce à la neutralisation d'une mole d'acide phosphorique par 2 mole de NH_3 .
- **Le sulfate-phosphate d'ammonium (ASP)** : est obtenu par la réaction entre l'acide phosphorique et l'ammoniac et l'acide sulfurique.

Le schéma suivant représente les processus de fabrication des engrais phosphatés simples (SSP, TSP) et composés (MAP, DAP, ASP) :

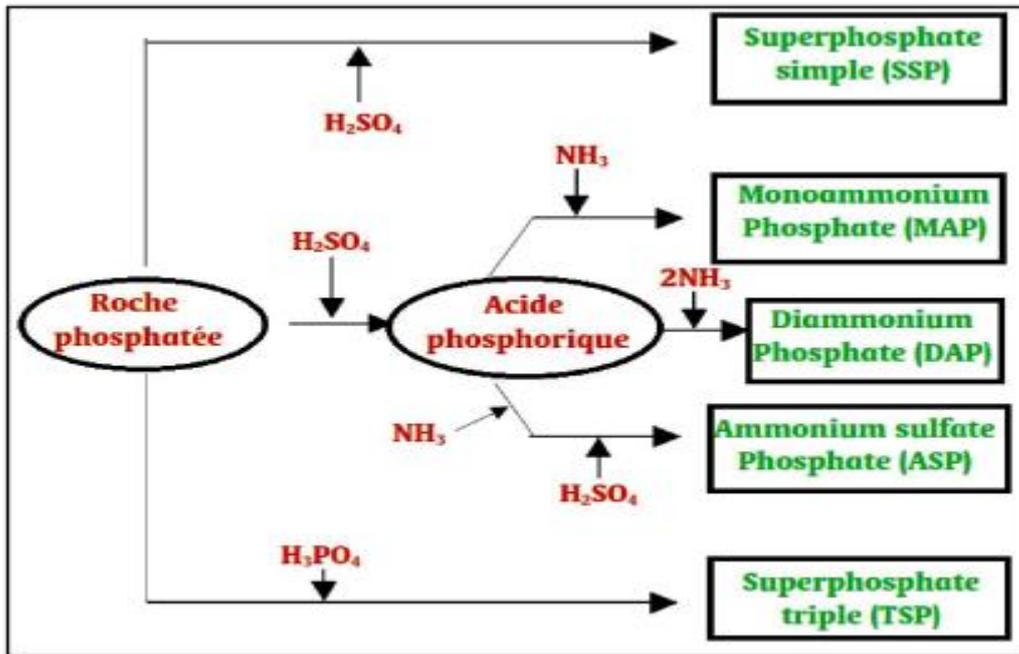


Figure I-1 : Schéma de fabrication des engrais phosphatés simples et composés (11)

I.8- Les impacts des rejets phosphatés:

Le phosphate est introduit par l'homme dans le milieu naturel. Lorsqu'il y a trop de phosphate dans le sol, par exemple à cause de l'excès d'engrais ou du rejet d'eaux usées par le biais de fosses septiques, ils peuvent être emportés par les eaux de ruissèlement ou d'infiltration. En effet les particules de phosphates ne parviennent pas toutes à se lier aux particules de sol, en conséquence, les phosphates peuvent polluer les eaux de surface et souterraines. De plus d'importance quantités de phosphates sont directement libérées dans les eaux de surface suite aux rejets d'eaux usées non traitées, si les phosphates sont présents en trop grandes quantités dans nos eaux, cela peut avoir diverses conséquences néfastes.

CHAPITRE II :

Le Phosphate en Algérie - Gisement
de Djebel-Onk

II.1- Introduction :

Le phosphate est un produit indispensable à la vie végétale et figure parmi les rares matières premières non substituables et dont la récupération ne portera que sur de faibles quantités, il constitue pour certains pays l'une des sources principales de devise.

Le phosphate naturel (PN) est un terme général qui décrit les assemblages minéraux naturels contenant une concentration élevée de minéraux phosphatés. Le terme se rapporte aussi bien aux minerais phosphatés non enrichis qu'aux produits concentrés. Le phosphate est le composant de ces roches ayant un intérêt agronomique. Plus le contenu en phosphate (P_2O_5) sous forme d'apatite est élevé, plus le potentiel économique du minerai est grand. Les facteurs qui sont importants dans la conversion chimique des PN en engrais (carbonates libres, fer (Fe), aluminium (Al), magnésium (Mg) et chlorure) ne sont souvent pas importants quand la roche doit être employée en application directe **(12), (13)**.

II.2- Les gisements de phosphate naturel :

Les gisements sédimentaires ont fourni environ 80 à 90 pour cent de la production mondiale de PN, Ils se trouvent dans des formations d'âge géologique très différent, montrent une gamme très large de compositions chimiques et de formes physiques, se trouvent souvent en couches épaisses relativement horizontales, et peuvent être à la base de terrains de recouvrement peu profonds. Les gisements qui représentent la majeure partie de la production mondiale de PN sont au Maroc, aux Etats-Unis, en chine et dans d'autres pays africains. La plupart des gisements sédimentaires contiennent de la fluoroapatite carbonatée appelée francolite. Les francolites ayant une importante substitution carbonate sur phosphate, ce sont les plus fortement réactives et les plus appropriées pour l'application directe comme engrais ou amendement.

Les gisements ignés ont fourni environ 10 à 20 pour cent de la production mondiale des dix dernières années. Ils sont exploités dans la Fédération de Russie, au Canada, en Afrique du Sud, au Brésil, en Finlande et au Zimbabwe mais se trouvent également en Ouganda, au Malawi, au Sri Lanka et en plusieurs autres endroits. Ces gisements contiennent généralement des variétés de fluoroapatite qui sont relativement peu réactives et donc moins appropriées pour l'application directe. Les produits de lessivage des apatites ignées et sédimentaires (minerais de phosphate de fer et d'aluminium) ne sont généralement pas utiles pour l'application directe en agriculture dans leur état naturel.

La figure ci-dessous représente la localisation des différents gisements de phosphate (sédimentaires et ignés).



Figure II-1 : Localisation des Gisements potentiellement économiques de phosphates dans le monde

II.3- Réserves et ressources mondiales de phosphates naturels :

Il n'y a aucun système mondial admis pour classer les réserves et les ressources en PN. Un système développé aux Etats-Unis (US Bureau of mines & US Geological Survey) définit les réserves en tant que «**ressources identifiées en minerais qui peut être extrait de manière profitable au moyen de la technologie existante et dans les conditions économiques actuelles**». Les réserves estimées peuvent être décrites comme les quantités totales de PN exploitables dans le gisement ou comme quantité de produit récupérable. Beaucoup d'auteurs ne distinguent pas les réserves et les ressources non économiques quand ils indiquent la taille des gisements. Ainsi, des différences substantielles dans les réserves et/ou les ressources estimées peuvent exister entre les diverses sources. Il est prudent de reconnaître que de telles anomalies existent et que de telles données devraient servir seulement pour les évaluations d'ordre de grandeur.

- La figure ci-après est une carte qui montre les importantes réserves de phosphate dans le monde.

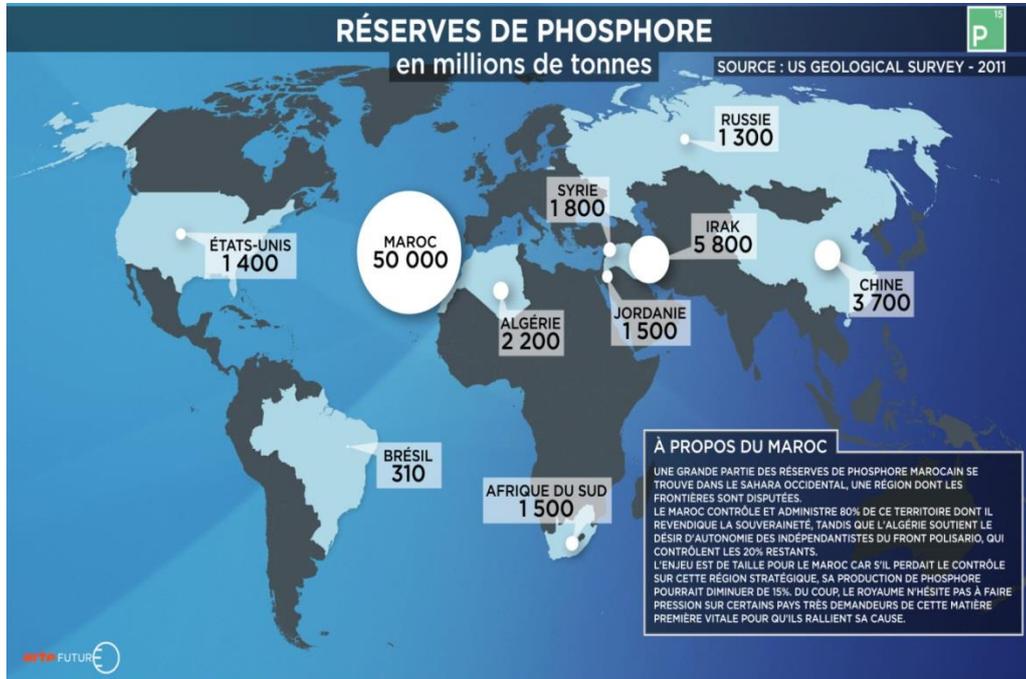


Figure II-2 :les réserves mondiales de phosphate (14).

II.4- Production mondiale de phosphate :

La production mondiale du phosphate était de 145.10^6 tonnes en 1999 puis de 147.10^6 tonnes en 2005, une forte augmentation est enregistrée en 2011 avec 198.10^6 tonnes, en 2012 la production atteint les 210.10^6 de tonnes de phosphate naturel (**Tableau 2-1**).

Les quatre principaux producteurs de PN (Chine, États-Unis, Maroc et Sahara occidental, et Fédération de Russie) produisent environ 75 % du total mondial. Les douze principaux pays producteurs de phosphate assurent 91,36 % de la production mondiale.

la production algérienne est restée presque uniforme, pendant les cinq dernières années (environ 1.5 million de tonne).

II.5- Statistique de production et réserves mondiale en phosphate :

Les statistiques effectués par le bureau USGS des réserves et productions mondiales de phosphate (durant 2011 et 2012) sont représentés dans le tableau ci-dessous :

Pays	Production en 2011 (10⁶ Kg)	Production en 2012 (10⁶ Kg)	Réserve mondiale (10⁶ Kg)
Chine	81 000	89 000	3 700 000
États-Unis	28 100	29 200	1 400 000
Maroc et Sahara occidental	28 000	28 000	50 000 000
Russie	11 200	11 300	1 300 000
Jordanie	6 500	6 500	1 500 000
Brésil	6 200	6 300	270 000
Tunisie	5 000	6 000	100 000
Égypte	3 500	3 000	100 000
Syrie	3 100	2 500	1 800 000
Israël	3 100	3 000	180 000
Australie	2 650	2 600	490 000
Pérou	2 540	2 560	820 000
Afrique du Sud	2 500	2 500	1 500 000
Mexique	1 510	1 700	30 000
Algérie	1 500	1 500	2 200 000
Inde	1 250	1 260	6 100
Arabie saoudite	1 000	1 700	6 100
Sénégal	980	980	180 000
Canada	900	900	2 000
Togo	730	865	60 000
Irak	30	150	460 000
Autres pays	6 790	6 000	390 000
Total	198 000	210 000	67 000 000

Tableau 2-1 : production et réserves mondiales par pays de phosphate naturel (2011-2012) selon « USGS-2013 »

II.6- Le phosphate en Algérie :

Le phosphate est l'une des plus importantes richesses naturelles du pays, avec plus de deux milliards de tonnes de ressources/réserves principalement localisés dans l'Est du pays. Le grand gisement de Djebel Onk, au Sud de Tébessa, exploité depuis plus de 40 ans, renferme environ la moitié de ces réserves/ressources.

Ces réserves ne constituent qu'une partie de celles que recèlerait le bassin phosphatier. Au rythme actuel de la production, la durée de vie de ces réserves/ressources approcherait deux siècles.

L'importante zone à phosphate de Djebel Onk devra très rapidement constituer un centre de développement économique d'exploitation et de transformation massive de phosphate.

Les principaux gisements de phosphate sont :

- Djebel Onk Sud : 500 Mln tonnes, 24 - 30 % en P₂O₅ et 2-3% en MgO
- Djebel Onk Nord : 100 Mln tonnes, 20-26 % en P₂O₅ et 3.1 % en MgO
- M'Zaita : 29 Mln tonnes, 23 % - 31% en P₂O₅
- Ras El Oued : 0.7 Mln tonnes, 26 % - 27% en P₂O₅
- El Kouif : 27 Mln tonnes, 25 % - 30 % en P₂O₅
- Djebel Dyr : 8 Mln tonnes.

Pour la suite, on va présenter en détail le plus grand gisement de phosphate en Algérie qui se classe parmi les gisements importants dans le monde (le gisement de Djebel-Onk).

II.7- Le gisement du phosphate de Djebel-Onk :

II.7.1- Historique du complexe de Djebel Onk :

Les phosphates Algériens ont été découverts à BOUGHARI par PH.THOMAS en 1873. Dans la période (1907 -1908) L.JOLEAU a découvert le gisement de Djebel Onk, des informations plus complètes ont été présentées par D.DUSSERT, mais surtout FLANDRIN en 1948 qui contribua à l'apport des nouvelles plus détaillées.

Ce n'est qu'en 1931 que ces phosphates font l'objet d'une première concession par la compagnie des phosphates de CONSTANTINE qui était le principal producteur en Algérie suite à laquelle fût créer la société S.D.O en 1936.

De 1961 à 1963, des essais de prospection radiométrique aéroportée sont effectués au-dessus du gisement de Djebel Onk.

En 1963, les études géologique et minière précédant l'exploitation du gisement de Djami-Djema sont réalisées par la société SERMI, pour la société de DJEBEL-ONK parallèlement, la société française SOFREMINE (1962 rédige un avant-projet d'exploitation du gisement de KEF-ESSENOUN).Ce n'est qu'en mois de Février 1965 que débute l'exploitation de Djemi-Djema

(SOCIETE DU DJEBEL-ONK) qui aurait dû relayer, en 1963, la fin de l'exploitation de DJEBEL-KOUIF commencée en 1894.

De 1971 à 1974, les travaux de recherche et de prospection sur les phosphates dans l'Est de l'Algérie qui ont été relancés par la SONAREM, sont suivis par une campagne de prospection et d'évaluation du district minier de Djebel Onk. (1977 - 1979) : S-3 - K, S-4 - K, S-5 - K. Tranchées dans les dressants.

De 1985 - 1987, l'EN FERPHOS a confié à l'EREM des travaux de recherche et d'évaluation des ressources en phosphate de tous les gisements potentiels de la région du Djebel -Onk, notamment le gisement de KEF ESSENOUN a été reconnu en détail par l'EREM au cours de l'année 1986, grâce à 32 sondages carottés notés S-2 à S-46 réalisés à la maille de 250 x 300 m et 22 tranchées réalisées dans les dressants de KEF ESSENOUN, notées Tr 22 à Tr 44.

En Novembre 1989, l'EN FERPHOS fait connaître son cahier des charges pour des études de développement du Complexe minier de Djebel Onk.

En Avril 1992, signature du contrat entre l'EN FERPHOS et le consultant BRGM/SOFREMINE concernant le rassemblement des éléments techniques et économiques permettant d'arrêter un projet de développement de l'exploitation des gisements de phosphate de Djebel Onk.

En 1993, BRGM a fourni un rapport d'expertise géologique de tous les gisements de Djebel Onk.

II.7.2- Organigramme du complexe Djebel Onk :

Le complexe de Djebel Onk est la principale unité stratégique business de FERPHOS pour la production du phosphate. Composé de deux mines à ciel ouvert et une usine de traitement de phosphate.

Afin de gérer tout le complexe, il existe toute une organisation dont chaque partie s'occupe d'une tâche bien précise. Les différents départements qui existent sont :

Exploitation : c'est le département qui s'occupe des travaux d'abattage, chargement et transport.

Traitement : c'est le département qui s'occupe de l'enrichissement du tout-venant arrivant de la carrière.

Maintenance : c'est le département qui s'occupe de la maintenance de toutes les machines dans l'usine.

Etudes & développement : c'est le département qui s'occupe des projets de recherches ainsi que la préparation des plans d'exploitation, il contient un service géologue, un service topographe et un service exploitation.

Sécurité : qui assure le bon déroulement des travaux et la sécurité du personnel.

II.7.3- Situation géographique de Djebel Onk:

La région de Djebel Onk est située au Sud – Est de l'Algérie, à 100 km de la Wilaya de Tébessa et à 20 km de la frontière Algéro – Tunisienne, sur la route qui relie Tébessa à El Oued (**Fig. II-4**). Cette région constitue la limite géographique naturelle entre les hauts plateaux constantinois et le domaine saharien. Le massif de Djebel Onk forme un ensemble calcaire de 20 km de longueur qui culmine à 1198 m d'altitude au Djebel Tarfaya. Ce massif constitue l'extrémité orientale des monts de Nememcha qui prolonge vers l'Est de massif des Aurès. Les altitudes les plus basses au pied du Djebel Onk sont d'environ 635m.

La région de Djebel Onk est subdivisée en 5 secteurs miniers : (**Figure II-3**)

- Gisement de Djemi-Djema,
- Gisement de Kef Essenoun,
- Gisement de Djebel Onk Nord,
- Gisement d'Oued Betita,
- Gisement de Bled El Hadba.

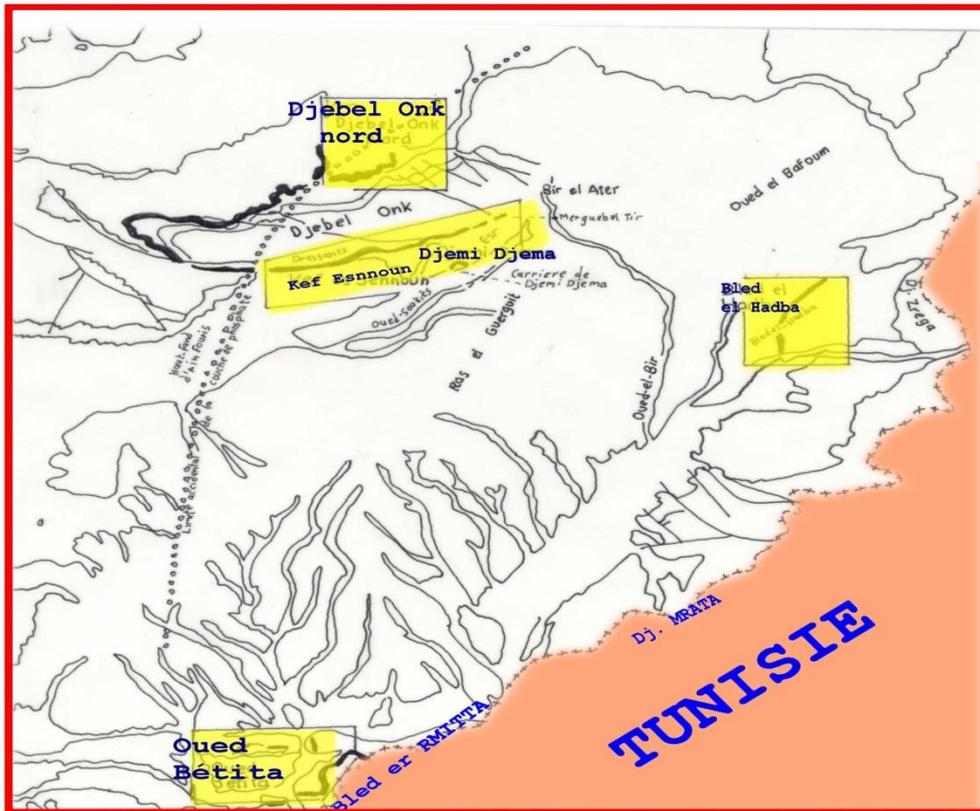


Figure II-3 : Carte de situation géographique et géologique des gisements de Djebel Onk (D'après Prian et Cortial, 1993)

II.7.4- Géologie du gisement:

Le gisement est situé dans le prolongement de la retombée méridionale de la flexure antiforme du Djebel Onk, dont la structuration majeure est due à la tectonique post-Miocène.

Lithologiquement, le gisement de Kef-Essenoun est constitué de bas en haut, par la série calcaro-dolomitique à silex de l'Yprésien surmonté par les calcaires marneux du Lutétien, puis par les sables du Miocène, et les alluvions du Quaternaire.

La majeure partie du gisement est constituée par une couche unique de phosphate sombre, gris –noir, sans intercalation carbonatée stérile, vers le Nord-Est de gisement apparait une couche de phosphate claire brun –beige oxydé sus-jacente à la couche de phosphate noir, la proportion des deux types de minerai est de 75% pour la première et 25% pour la deuxième.

II.7.4.1- Stratigraphie :

La stratigraphie de la région de Djebel Onk a été établie par Visse (1952). La série sédimentaire affleurante est exprimée par une succession stratigraphique allant du Crétacé Supérieur (Maestrichtien) à l'Eocène moyen (Lutétien), surmontée par une série sablo – argileuse continentale datée du Miocène et du Quaternaire

❖ Crétacé

Ce sont les sédiments les plus anciens au cœur de l'anticlinal de Djebel Onk tectoniquement très accidentés. Seuls les dépôts du Maestrichtien y affleurent.

- **Maestrichtien** : Les sédiments de cet âge, au cœur de Djebel Onk, sont représentés par des calcaires à silex et des intercalations de marnes (de 5 à 10 m). Ils représentent à leur partie supérieure, une surface taraudée, rubéfiée, facilement repérable dans la topographie.

❖ Paléogène

Ce sont des sédiments marins représentés par des calcaires, des phosphates et de gypse, dans la région, le Paléogène atteint d'assez grandes épaisseurs d'environ 500 m, les variations lithologiques et les restes des organismes ont permis d'en faire les subdivisions stratigraphiques suivantes :

- **Danien** : Il est différent du Crétacé, il est conventionnellement adopté au contact calcaire Maestrichtien série argilo – marneuse. Cette différence lithologique est présentée par une subdivision en deux séries distinctes, où on note la séparation entre le Danien supérieur et le Danien inférieur. L'épaisseur totale du Danien est d'environ 100 m.
- **Montien** : Cet étage est marqué par la présence d'une série de calcaire, calcaires détritiques, calcaires à lumachelle avec des intercalations de marne et dolomie. Ces sédiments se caractérisent par une absence ou une faible quantité de silex. Les huîtres sont abondantes, en bancs gris à noire. L'épaisseur totale de Montien est d'environ 100 m.
- **Thanétien** : C'est l'horizon porteur de la minéralisation. Il est visible sur le flanc de l'anticlinale de Djebel Onk avec une épaisseur d'environ 80 m. Il se subdivise en deux parties supérieure et inférieure. Le Thanétien supérieur débute par un niveau dolomitique à gastéropodes, sous-jacent à une couche phosphatée de 30 m d'épaisseur en moyenne à Djebel Onk et à Bled El Hadba, et qui diminue jusqu'à la disparition vers le Nord, l'Ouest et le sud de ce gisement se termine généralement par un niveau lumachellique.
- **Yprésien** : Il repose directement sur les dépôts du Thanétien et affleure dans la carrière de Djemi-Djema et au Nord du Djebel Onk. Il est constitué par deux étages et a une épaisseur totale de 70 m.

- **Lutétien** : Les formations de cet étage recouvrent en concordance les séries Yprésiennes, elles sont répandues dans la région de Djebel Onk. On distingue le lutétien supérieur et inférieur, dont les épaisseurs sont de 100 et 40m respectivement.

❖ Néogène

Le Néogène est caractérisé par un faciès sablo – argileuse de type continental d'une puissance avoisinante à 700 m.

- **Miocène** : La datation des roches de Miocène a été faite grâce à la découverte des rares fossiles (*Helix Tissiti*). Il est formé essentiellement par des sédiments représentés par des roches terrigènes (conglomérats, grès, sables, argile) et des schistes argilo – gréseux. Tandis que les sédiments de la région de Bled El Hadba sont composés de nombreux fragments silicifiés, le Miocène est subdivisé en trois étages inférieur, moyen et supérieur, avec des épaisseurs 100m, 250m et 350 m respectivement.

❖ Quaternaire

Les formations Quaternaires couvrent de vastes surfaces dans la région ; elles sont essentiellement représentées par des éboulis, de dépôts sableux éoliens, fluviaux et des dépôts alluviaux (**Figure II-4**).

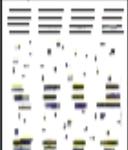
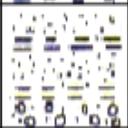
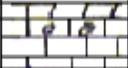
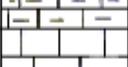
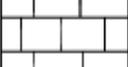
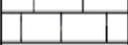
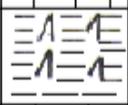
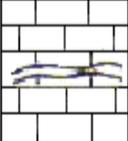
QUATERNAIRE			Eboulis et formations alluvionnaires sableuses
MIOCENE	SUP (350m)		Sables, grès à grains grossiers
	MOY (250m)		Argiles, schistes argileux de couleur marron, bronze avec intercalation de sables blancs
	INF (100m)		Sables fins blancs avec des couches de grès et argiles
LUTETIEN	SUP (100m)		Gypses avec interlits de marnes (évaporites)
	INF (40m)		Calcaires et dolomies avec géodes de quartz
YPRESIEN (70m)	SUP		Calcaires et dolomies avec silex
	INF		Calcaires avec lentilles de silex et calcaire phosphaté
THANETIEN (80m)	SUP		Phosphates pseudoolithiques, coprolithiques, gris et noirs
	INF		Marnes sombres schistifiées
MONTIEN (100m)			Minéralisation en Baryto-Célcéitine Calcaires avec bancs à Ostrea
DANIEN	SUP (80m)		Alternance de calcaires et de marnes claires
	INF (35m)		Argiles noires avec fibre de gypse
MAESTRICHTIEN SUPERIEUR (200 m)			Calcaires, calcaires noduleux de couleur blanche

Figure II-4 : Colonne stratigraphique de la région de Djebel Onk –Algérie Orientale.(15)

II.7.4.2- Tectonique régionale :

La région de Djebel Onk appartient à l'extrémité orientale de l'Atlas Saharien (Ranchin, 1963). La série supérieure à l'Eocène du bassin de Djebel Onk – Gafsa - Méthlaoui est structurée en une suite d'anticlinaux et de synclinaux dissymétrique (**Figure II-5**), généralement faillés dans leurs flancs, d'axe le plus souvent SW – NE, et décrochés par des accidents transverses N 120° à N 140° E

Les anticlinaux de Djebel Onk, Djebel Djemi-Djma et Oued Bétita sont localisés à la bordure de la flexure Sud – Atlasique qui correspond à une zone d'affleurement entre le domaine Atlasique mobile et la plate – forme Saharienne stable, ils appartiennent à la branche Nord de la flexure Sud Atlasique de direction E – W.

L'anticlinal de djebel Onk prolonge des monts de Nememcha jusqu'à l'Est en périclinal sous les formations du Miocène d'une direction E – NE, cet anticlinal est asymétrique au flanc méridional avec un pendage de 80° et flanc septentrional de 10°.

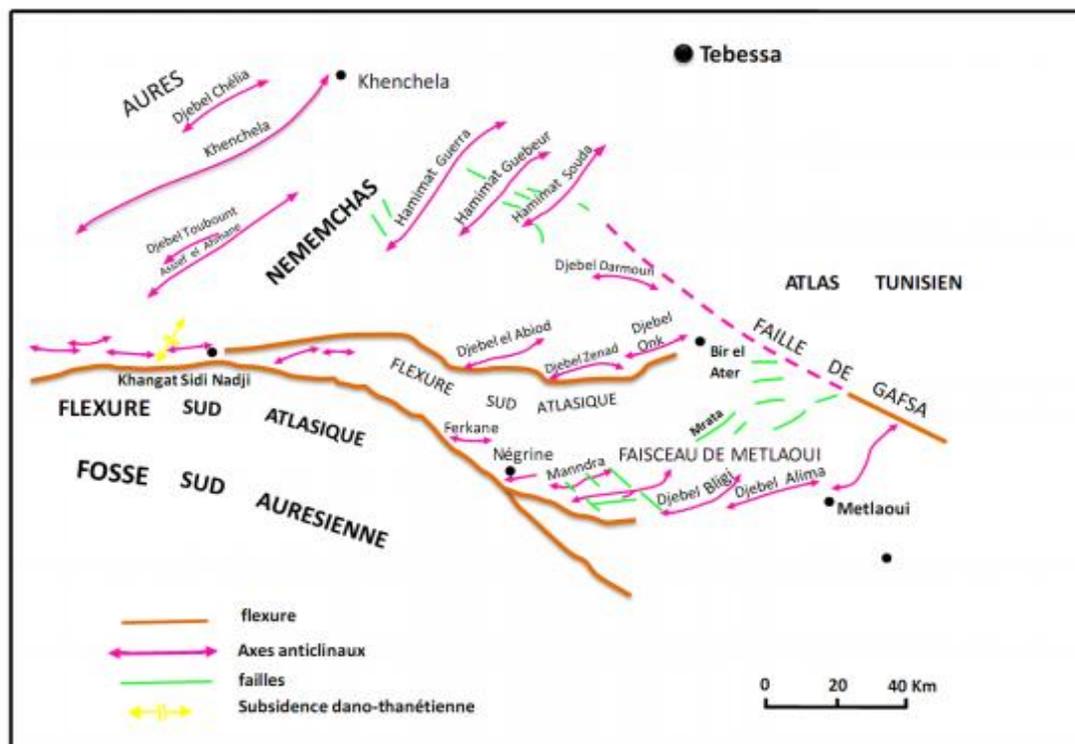


Figure II-5 : Carte structurale de la région du Djebel Onk à l'intérieur du bassin de Gafsa-Méthlaoui-Onk (d'après Aissaoui, 1984 in Chabou-Mostefaï, 1987). (16)

II.7.4.3- Les réserves géologiques :

Le gisement de Djebel Onk, par ces importantes réserves se classe parmi les grands gisements dans le monde.

Avec plus de 2 milliards de tonnes de réserves de phosphate, l'Algérie se trouve dans la troisième place après le Maroc et Sahara-Occidental (50 000 000 tonnes) et la Chine (3 700 000 tonnes), ce sont les pays qui possèdent les grandes réserves mondiales de phosphate

gisements	carrière	sous-terrain	total	hypothétiques	total
djemidjema	150.000.000	214.000.000	364.000.000	185.150.000	549.150.000
kefessenoun	196.000.000	13 5.000.000	331.000.000	188.500.000	519.500.000
tarfaya	14.000.000		14.000.000		14.000.000
total onk sud	360.000.000	349.000.000	729.000.000	373.650.000	1.102.650.000
bled elhadba	319.689.850		319.689.850	480.000.000	799.689.850
djebel onk nord	31.000.000	61.000.000	92.000.000		92.000.000
oued betita		125.000.000	125.000.000	50.000.000	175.000.000
total hadba et onk nord	350.689.850	186.000.000	536.689.850	530.000.000	1.066.689.850
total général	710.689.850	535.000.000	1.265.688.850	903.650.000	2.169.338.850

Tableau 2-2 : les réserves géologiques du gisement de Djebel-Onk (en tonne).

II.7.5- L'exploitation du gisement de Djebel-Onk : (17)

Après l'épuisement de la mine de Djema-Djema, les travaux d'exploitation sont réorientés vers le gisement de kef-essenoun. Ce dernier est la seule zone où se déroulent les travaux d'abattage et de tir. Elle présente la source unique de l'alimentation d'unité de traitement de phosphate.

kef-essenoun est une mine à ciel ouvert, constituée de plusieurs gradins formant une fosse. Le facteur de recouvrement est de un pour deux, c'est-à-dire que pour chaque gradin de minerai abattu, il faut abattre deux gradins de stériles. Pour cela, on trouve les gradins de stériles dans la périphérie et les gradins de minerais dans le centre de la fosse.

II.7.5.1- Travaux préparatoires :

En premier lieu il faut toujours penser à mettre en place les pistes de circulation et les accès aux gradins. Il faut veiller à ce que les accès soient assez larges afin de permettre aux engins de circuler en toute sécurité tout en assurant une double circulation et en permettant aux conducteurs de manœuvrer leurs engins facilement.

La piste principale doit avoir une pente inférieure à 10 % pour ne pas avoir des descentes trop raides et ne doit pas dépasser les 6 % dans les virages.

Lorsque les accès ne sont pas assez larges il faut renforcer les bordures par de gros blocs et de l'argile qui d'une part servent à éviter tout risque d'inondation des plates-formes et d'une autre part composent une barrière de sécurité pour les engins en cas d'accident (perte de freins, dérapages,... etc.) en les empêchant de tomber dans le vide. Pour réaliser ces travaux il faut faire un terrassement du terrain car au départ on est en présence de terrains vierge formé de gros blocs, d'argile et d'herbe.

II.7.5.2- Forage :

Après avoir réalisé les travaux préparatoires c'est au tour de l'équipe de forage de poursuivre les travaux.

Le forage est un procédé qui consiste à réaliser des trous de mines à l'aide d'un équipement spécialisé.

L'ingénieur doit communiquer aux foreurs les paramètres de forage (distances, profondeurs, inclinaisons, nombre de rangers,... etc.) selon des exigences bien déterminées.

Au niveau de la mine de kef-Essnoute, les travaux de forage sont réalisés en utilisant des sondeuses qui sont composé d'un assemblage de tiges de 3 mètres de longueur avec une possibilité de forer des trous de 110 ou de 165 millimètres de diamètre.

Pour réaliser des trous de mine il existe des paramètres à respecter selon la nature de la roche, le type de tir, la longueur du front, la taille désirée du produit à extraire... etc.

II.7.5.3- Tir :

Il existe deux types de tire utilisés à kef-Essnoute : Le tir électrique et le tir pyrotechnique. Le premier est destiné aux gradins des minerais de phosphate, alors que le deuxième est destiné aux gradins de stériles.

La différence entre ces deux types se résume dans la mise à feu dont le premier se déclenche à l'aide d'un fil électrique et un explosif, alors que le deuxième se déclenche à l'aide d'une mèche lente.

Les explosifs utilisés :

- Explosifs brisants (Marmanite)
- Explosifs déflagrants (Anfoumil)

II.7.5.4- Chargement et transport

Le chargement est effectué par une pelle hydraulique avec un temps de cycle variable selon l'état du matériau abattu d'où un rendement variable qui dépend aussi de la capacité de la pelle.

Le transport est assuré par des camions à benne d'une capacité de 50 tonnes avec un temps de cycle variable selon la distance entre le niveau de chargement et le lieu de déchargement, l'atelier de concassage pour le phosphate et la décharge pour le stérile, l'état de la plate-forme et des pistes de roulage et la capacité de la pelle, d'où un rendement variable.

Lorsque le matériau abattu est hors gabarits c'est-à-dire de taille très grande (>1000 mm), il est mis de côté où c'est le brise roche qui réduit de sa taille pour pouvoir le faire passer au concasseur lorsqu'il s'agit du phosphate. Par contre lorsqu'il s'agit des stériles, ces roches sont évacuées directement vers la décharge.

II.7.6- Production objective de l'année 2014 :

La direction commerciale fixe les objectifs annuels du complexe minier de Djebel Onk. Pour l'année 2014 les prévisions sont de 15 millions de tonnes dont 3 millions de tonnes de phosphate (tout-venant) et 12 millions de tonnes pour le stérile.

Matériel :

Le matériel utilisé pour la réalisation de l'objectif de production de l'année 2014 est résumé dans le tableau ci-dessous :

Engins Programmés

TYPE D'ENGINS	PREVUS	RENDEMENT HORAIRE	ECART
SONDEUSES CHENILLARD	739-741 745	45 M/H 30 M/H	00
SONDEUSES PNEUMATIQUES	684-686	30 M/H	00
CHARGEUSES CAT	607 658-666	300 T/H 350 T/H	00
PELLES	613-614-615 03 Nouv.Pelles	600 T/H	+01
CAMIONS CAT	574-575-576-577-578-579-580-581-582-583-584-585 586-587-04 Nouv.Camions	200 T/H	+03
CAMIONS MERCEDES	392-393-394-395-396-398-399-400-401-402-403	60 T/H	00
BULLS	655 03Nouv.bulls	/	00
NIVELLEUSES	665-746 01Nouv.NivL	/	00
CAMIONS CITERNES	420-421-422	/	00
SURFACE MINER	990	/	00

Tableau 2-3 : les engins programmés pour la production objective en 2014.

II.7.7- Traitement du phosphate de Djebel-Onk :(18)

L'objet du traitement des phosphates est d'éliminer les composants nuisibles et la gangue, de façon à obtenir une teneur en P_2O_5 aussi élevée possible, de même qu'un rapport CaO / P_2O_5 favorable.

L'unité de traitement de phosphate de Djebel-Onk constitue de voies principales (voie sèche et humide) pour l'obtention du produit marchand pris à être commercialisé

La méthode de traitement adoptée au actuellement au niveau du complexe minier de Djebel-Onk commence par l'opération de préparation mécanique, qui alimente les deux voies de traitement.

II.7.7.2- Traitement par voie humide :

Le but de cette opération est d'éliminer les argiles, les silicates, les matières organiques ainsi que les sels..... Il est constitué des opérations suivantes : une mise en pulpe, criblage humide (grilles courbes), classification, hydro cyclonage et une filtration.

Ce type de traitement permet d'obtenir des produits marchands (super) de qualité 66-68 TPL. Ce sont des qualités très riches en TPL.

II.7.7.3- Traitement par voie sèche (Dépoussiérage) :

Cette opération s'effectue dans les ateliers de dépoussiérage (DK2 et DK3), est un procédé physico-mécanique d'enrichissement du minerai phosphate pour l'obtention d'un concentré moyen de 29 à 30 % P_2O_5 , c'est un procédé issu d'une technologie de traitement à sec basée essentiellement sur la décarbonatation par impacte et aménagement granulométrique.

Le but principal de ce type de traitement est d'enrichir à sec un produit provenant de la carrière ayant 54 à 56 % de TPL, broyer et cribler à 15 mm contenant 3 à 7 % d'humidité pour ramener à la qualité commerciale titrant 63 à 65 % de TPL et des granulométries comprise entre 800 μm et 90 μm . Chaque ligne est d'une capacité de 230 T/h à l'alimentation et 137.5 T/h à la sortie d'un rendement poids de 60 à 62 %.

II.8- Conclusion :

Le gisement de phosphate de Djebel-Onk est considéré parmi les plus importants gisements au monde, avec ces énormes réserves et sa teneur probablement importante.

Le complexe minier de Djebel-Onk permet de produire de bonnes qualités de phosphate marchand passant par les différentes phases à partir du minerai brut provenant de la carrière jusqu'à l'obtention d'un produit final prêt à être commercialisé.

La méthode d'enrichissement adoptée au niveau du complexe minier de Djebel-Onk basée sur la granulométrie, donne de bons résultats du point de vue de la qualité du phosphate. Par contre, ses rejets présentent le gros inconvénient engendré par cette méthode à cause de la perte d'un pourcentage trop élevé de matière phosphatée.

CHAPITRE III :

Méthodes de Traitement des Phosphates

III.1- Introduction :

La transformation des minerais extraits en produits utilisables englobe toutes les techniques de traitement des minerais. C'est une science qui s'est considérablement compliquée en vue de l'utilisation des minerais avec une teneur de plus en plus faible et d'une composition de plus en plus complexe.

Le but de traitement des minerais phosphatés est de les enrichir en P_2O_5 et d'éliminer la gangue et certains éléments nuisibles tels que les métaux lourds et la matière organique. La technologie de base pour le traitement de ces minerais est constituée de deux étapes : La libération et la séparation. (19) La libération est habituellement effectuée par réduction de la taille des minerais en utilisant la préparation mécanique et l'attrition pour obtenir des particules libres de l'exogangue. Afin de les séparer grâce à plusieurs méthodes, parmi ces méthodes utilisées: calcination, flottation et lavage avec des acides dilués.

Le choix d'un schéma de traitement repose sur le type de minerai et le degré d'enrichissement projeté, ainsi que l'élimination de certains éléments nuisibles ou toxiques.

Toutes les méthodes de traitement des minerais nécessitent avant tout une préparation mécanique de tout venant avant de passer aux étapes d'enrichissement.

III.2- La préparation mécanique :

L'atelier de préparation mécanique, au niveau de toute industrie minière, occupe une place prépondérante dans le choix de procédés technologiques et d'équipements spécifiques. Cette préparation peut influencer à n'importe quel niveau de tout procédé, pouvant soit améliorer, soit diminuer le fonctionnement de tel ou tel type d'équipement primordial. Notons, que la préparation mécanique de minerai est un procédé d'enrichissement physique, permettant d'extraire, au vu d'analyses diverses (minéralogique, pétrographique, chimiques et autres), et libérer le ou les minéraux utiles du minerai, en les concentrant dans des tranches granulométriques, favorables à des traitements ultérieurs, en vue d'obtenir soit un concentré, soit un métal ou autre. Cet atelier fait appel à des opérations de concassage, de broyage et de classification directe ou indirecte.

III.2.1- Le concassage :

La fragmentation d'un solide s'opère sous l'action d'un champ de contrainte tridimensionnel non homogène généré par des forces en contact. 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.

Le concassage 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.

III.2.1.1- Modes de concassage : (20)

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

- Ecrasement (compression) (A)
- Trituration (B)
- choc(C)
- Clivage (D)

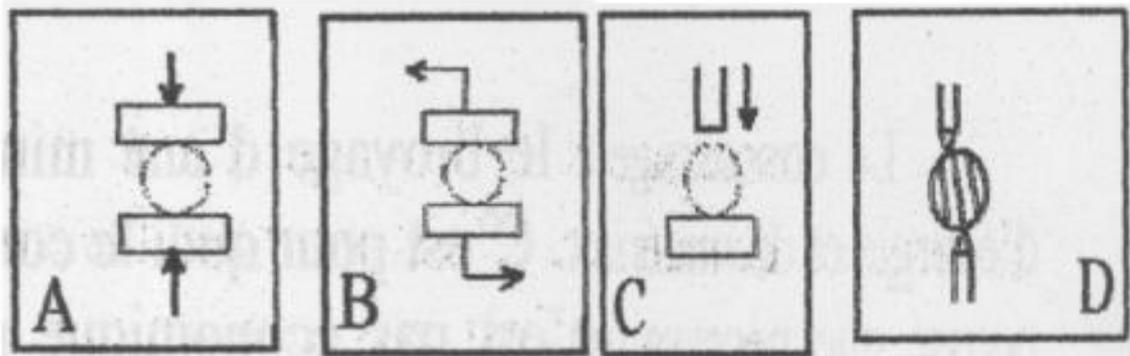


Figure III-1 : Modes de concassage.

III.2.1.2-Le degré de concassage : (20)

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 concassage. Ce rapport de réduction est une caractéristique quantitative du processus, indiquant de combien de fois le produit concassé a été réduit

- Le degré de concassage est déterminé à l'aide de formules, à savoir :

$$i = \frac{D_{\max}}{d_{\max}} \quad i = \frac{D_{\text{moy}}}{d_{\text{moy}}} \quad i = \frac{D_{80}}{d_{80}}$$

D80: est la dimension des ouvertures carrées d'un tamis à travers lesquelles passent 80% du produit initial.

d80: est la dimension des couvertures carrées d'un tamis à travers lesquelles passent 80% du produit concassé.

III.3- Valorisation par gravimétrie : (21)

La concentration gravimétrique se base sur la différence des masses spécifiques des minéraux à séparer et sur la différence de leur vitesse de chute dans un milieu liquide ou gazeux. En tombant sur un fluide, une particule solide est soumise aux forces suivantes :

- Son poids : $P = m \cdot g$, m : masse de la particule

- La résistance du fluide : $P' = m' \cdot g$

Let que : m' : la masse de fluide déplacée par la particule solide

L'équation qui décrit le mouvement de la particule est :

$$m \frac{dv}{dt} = P - P'$$

III.3.1- Méthodes basées sur la gravité :

Parmi les méthodes basées sur la gravité, on cite trois méthodes qui ont été mises au point Industriellement.

III.3.1.1- Concentration par jigage : (22)

Le Jigage est un procédé de concentration gravimétrique, basé sur la différence des vitesses de chute des grains minéraux dans des courants d'eau ascendants et descendants, assurés par des pulsations données à l'eau par un piston ou un diaphragme (Jig à piston ou encore machine à pistonner) ou par le mouvement alternatif d'une grille dans un fluide (Jig à grille mobile). La stratification et la séparation des grains dans un Jig se produisent dans des conditions de sédimentation gênée, sous l'action d'un courant d'eau vertical.

L'étude du déplacement des particules, de densités et de dimensions distinctes dans un régime d'écoulement turbulent d'un courant liquide, tout ceci explique, traduit le principe de fonctionnement des Jigs.

III.3.1.2- Tables à secousses :(23)

Les tables à secousses sont des appareils, constitués d'un plateau ayant une certaine inclinaison par rapport à l'horizontale, tout en étant animé d'un mouvement dissymétrique suivant le sens longitudinal.

La table est alimentée par de la pulpe brute (minerai en suspension dans l'eau.) dans un boîtier à son angle le plus élevé. Une clarinette, le long du bord supérieur, recouvre la table d'un mince film d'eau, s'écoulant jusqu'au bord inférieur. **(Figure 2)** Des réglettes ou " riffles" longitudinales permettent de séparer les produits lourds de ceux plus légers.

En revanche les produits légers ont tendance à passer au-dessus de ces Nervures ou « riffles», Les grains lourds, disposés entre les riffles, se déplacent en adhérant à la surface de la table, en longeant ceux-ci jusqu'à l'extrémité, où ils seront finalement évacués dans l'angle de la table opposé à l'arrivée de la pulpe; ceci est occasionné, grâce au mouvement asymétrique longitudinal imprimé au plateau.

Ces appareils de concentration ne se prêtent bien qu'au traitement des minerais, présentant de grandes variations de densités entre leurs éléments. Les facteurs influant, durant la séparation par tables à secousses, sont:

- la pulpe ne doit comporter que 20 à 30% de matières solides ;
- la consommation en eau de lavage est comprise entre 1 à 2 m³ par tonne de minerai traité ;
- l'amplitude de la secousse doit être déterminée selon la grosseur du gain

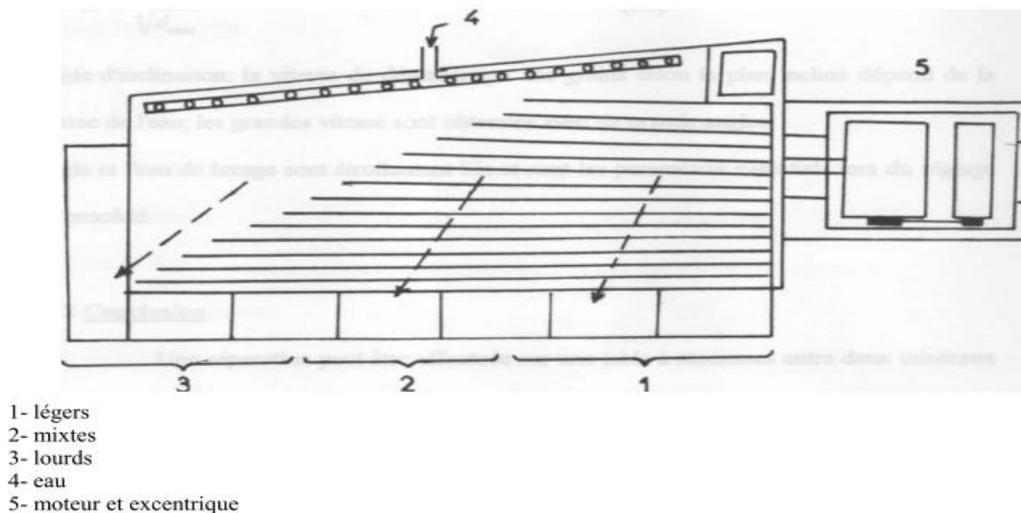


Figure III-2 : principe de fonctionnement de la table à secousse.

III.3.1.3- Concentration par milieu (ou liqueur) dense :

La concentration par liqueur dense est caractérisée par une capacité de production élevée et une bonne stabilité du procédé.

La séparation se fait suivant la poussée d'Archimède simple ou multiple par un coefficient de force centrifuge, cette poussée agissant de la même façon quelle que soit la dimension des particules. La précision de la séparation dépend essentiellement des qualités du fluide et du degré de libération atteint.

Les débits admis peuvent être très importants. L'écart probable est le plus souvent faible et l'on peut espérer faire une bonne séparation avec un simple écart de densité. Ce procédé peut produire un stérile à rejeter dès les premières opérations, ce qui limite le circuit aval. Le prix de revient est souvent modéré, le coût étant lié aux pertes en médium (ou liqueur dense).

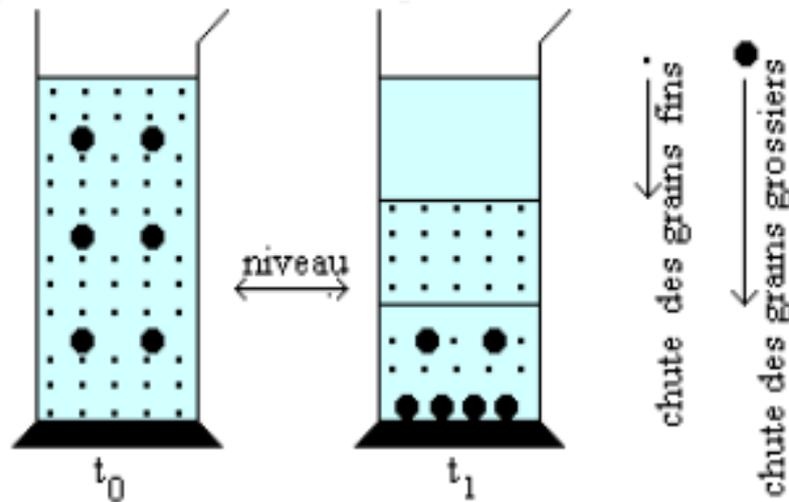


Figure III-3 : principe de la séparation par milieu dense.

❖ **Les paramètres concernant la séparation par liqueur dense :**

- La limite inférieure des procédés les plus performants est de $300\mu\text{m}$. La limite supérieure n'est déterminée que par la maille de libération du minerai et par la technologie du séparateur (elle peut atteindre 200mm et plus dans le cas du charbon).

- La viscosité et la stabilité du médium sont les deux paramètres à contrôler, permettant de garantir la qualité de la suspension. On peut être amené à ajouter de la bentonite ou de l'argile à la suspension, pour en améliorer la stabilité. Inversement, on peut devoir deschlamer en totalité ou en partie la suspension, pour éliminer un excès d'ultrafines du minerai ou créées par l'usure du médium. Les propriétés superficielles des minéraux et des suspensions interviennent de façon importante dans les séparations.

- Après la séparation, une partie du médium est récupérée par simple égouttage et recyclée dans le circuit de concentration. L'autre partie, issue du lavage des flottants-plongeants, est reconcentrée par voie magnétique, démagnétisée et réajustée en densité avant de retourner dans le circuit de travail. La qualité de la récupération conditionne une perte minimale de médium selon les cas, évaluée entre 100 à 1000 g par tonne traitée.

III.4- Enrichissement par flottation : (24)

La croissance industrielle durant le vingtième siècle a nécessité des quantités considérables de métaux et, de ce fait, la mise en œuvre de procédés compatibles avec le traitement de masses rocheuses énormes. Parmi ces procédés, la flottation permet de séparer les solides entre eux, en mettant à profit les différences existant entre leurs propriétés superficielles dans une solution aqueuse et en présence d'air. Plus tard, ce procédé a été appliqué à la séparation solide-liquide (flottation de précipité) et à l'extraction d'ions en solution (flottation ionique).

III.4.1- Principe de la flottation : (24)

Le principe de la flottation des minerais est le suivant : les particules solides sont mises en suspension par agitation dans de l'eau après un broyage effectué sur l'échantillon traité, plus ou moins poussé pour de la gangue l'espèce minérale valorisable.

Ce mélange solide-eau (ou pulpe) est conditionné avec un réactif chimique appelé collecteur, dont le rôle est de rendre hydrophobe la surface du minéral à flotter, afin de lui conférer une affinité plus grande pour la phase gazeuse que pour la phase liquide. On obtient une action sélective du collecteur en faisant appel à des modificateurs, les déprimants et les activants, qui modifient son affinité pour certaines surfaces minérales. Il s'agit alors du procédé de flottation différentielle, permettant par exemple la séparation des sulfures, des oxydes, des silicates, des sels.

La pulpe ainsi conditionnée est introduite dans des réacteurs munis d'agitateurs aérés (cellules de flottation) ou d'injecteurs d'air (colonne de flottation) ou d'électrodes (électro-flottation) générant des bulles d'air et les dispersant. Les particules rendues hydrophobes se fixent à la surface des bulles qui constituent un vecteur de transport grâce à leur mouvement ascensionnel vers la surface libre de la pulpe. On obtient ainsi une mousse surnageante chargée en solides, appelée écume. La taille des bulles et la durée de vie de la mousse sont modulées par l'addition d'un moussant. Le liquide entraîné est drainé par gravité à l'intérieur même de la mousse, dans laquelle est recueillie par débordement.

III.4.2- Réactifs de flottation :

Généralement, des réactifs chimiques sont ajoutés à la pulpe dans un procédé de flottation, de façon à améliorer son efficacité. Il existe une large gamme de ces produits, pouvant être classés dans cinq catégories différentes : les collecteurs, les moussants, les activants, les déprimants et les régulateurs. La nature et la quantité des produits utilisés dépendent des propriétés physico-chimiques superficielles des particules à concentrer. Mentionnons aussi que l'efficacité du procédé dépend du pH et du potentiel d'oxydoréduction de la pulpe.

❖ Les collecteurs :

Les collecteurs sont des substances organiques qui se fixent sur la surface de certains minéraux et augmentent leur flottabilité. Leur action consiste à diminuer la mouillabilité des minéraux par la formation sur leur surface d'une pellicule hydrophobe qui contribue à l'adhésion des minéraux aux bulles d'air.

Pour les sulfures, les agents tensioactifs les plus utilisés (collecteurs) appartiennent à la famille des thiols. Ce sont principalement les alkyldithiocarbonates et les alkyl-dithiophosphates. Pour les oxydes, les silicates et les sels, les surfactants les plus employés sont les acides gras, les amines et leurs sels, les alkylsulfates et alkylsulfonates.

❖ Les déprimants :

Les déprimants jouent un grand rôle dans la flottation des minéraux ayant les propriétés de flottation proches. Les minéraux de la même classe (ex : les sulfures) sont flottés par le même collecteur. L'utilisation des déprimants permet d'augmenter la sélectivité d'action des collecteurs par rapport à ces minéraux. Ils assurent la dissolution de la couche du collecteur qui se trouve sur la surface du minéral à dépression et la création des conditions qui empêchent la formation d'une telle couche.

Le rôle du déprimant est d'annuler l'effet du collecteur sur certaines surfaces minérales précises, et ainsi de faire plonger les minéraux que l'on ne veut pas flotter, en évitant par-là leur piégeage dans le produit de mousse.

❖ Les activants :

Ils réagissent avec la surface des minéraux contribuent à une meilleure fixation du collecteur. Ils forment sur la surface du minéral une combinaison superficielle qui active la fixation du collecteur.

On utilise dans l'industrie les activants suivants :

1/ $\text{Cu SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: activant pour la flottation de blende (ZnS), la consommation est de (0,2 à 0,4) Kg /t du minerai.

2/ Na_2S : activant pour les minéraux oxydés, la consommation est de (0,5 à 1) Kg /t du minerai.

3/ H_2SO_4 (acide sulfurique) : activant de la pyrite, la consommation est de (0,5 à 0,7) Kg /t de minerai.

❖ Les régulateurs du milieu :

Les collecteurs, les déprimants et les activants agissent par voie directe sur la surface des minéraux tandis que les régulateurs sont employés pour changer les propriétés de la pulpe de flottation à fin de créer les conditions favorables à la flottation. Ils modifient la composition ionique de la pulpe (réglage du PH) et influent sur la formation de la mousse, sur la taille et la stabilité des bulles d'air.

On utilise comme régulateur du milieu les acides et les alcalins minéraux NaOH , H_2SO_4 , Na_2CO_3 , CaOetc.

❖ Les moussants :

un moussant doit avoir un pouvoir collecteur négligeable, rendant la mousse juste suffisamment stable pour que celle-ci puisse être isolée de la pulpe. Les moussants sont généralement des molécules organiques hétéro-polaires, qui abaissent la tension superficielle de la phase aqueuse et augmentent donc la stabilité et la durée de vie des bulles générées. Leur mode d'action est similaire aux collecteurs; c'est-à-dire que la partie polaire s'oriente vers l'eau, alors que celle non polaire s'oriente à l'intérieur des bulles d'air.

Les moussants contribuent à la formation d'une mousse stable et solide et cela est assuré en jouant sur la dimension des bulles d'air et la solidité de la mousse comme suit :

- Diminution de la dimension moyenne des bulles d'air ainsi que leur vitesse, en réduisant la taille des bulles et régularisant leur forme ; plus sphériques et plus petites, les bulles remontent plus facilement et plus lentement à la surface, et leur finesse augmente la surface de l'interface liquide-gaz.
- Augmentation de la solidité de la mousse, stabiliser la mousse à la surface de la cellule, ce qui permet une meilleure récupération du minerai à flotter, tout en évitant de le mélanger avec les autres minéraux en présence dans la pulpe.

La plupart des agents moussants utilisés aujourd'hui sont des alcools, car ils n'ont pratiquement pas de propriétés de collecteur, contrairement à ceux ioniques.

III.4.3- Les principaux équipements de flottation :

Il existe principalement deux types d'équipements de flottation : les appareils pneumatiques et les appareils mécaniques. Les cellules de flottation font partie des équipements mécaniques alors que les colonnes font partie des équipements pneumatiques.

III.4.3.1- Les cellules de flottation : (25)

Les cellules sont essentiellement constituées d'un réservoir, dans lequel une turbine est entourée de chicanes, dont l'un des rôles est d'assurer l'homogénéité de la pulpe. L'air provient de l'axe de la turbine et l'aération peut se faire de deux façons.

Elle peut se faire de façon indépendante par la pression négative générée par la rotation très rapide de la turbine qui aspire l'air ou par l'injection d'air à l'aide d'une soufflante à faible pression. L'air est ainsi introduit dans le système, puis dispersé sous forme de fines bulles grâce à l'action combinée de la turbine et des chicanes. Le diamètre des bulles est une caractéristique très importante, car il définit la surface disponible pour l'adhésion des particules solides. Le concentré, constitué de mousse chargée de particules hydrophobes, est recueilli à la surface de la cellule, généralement à l'aide d'un dispositif appelé écumeur.

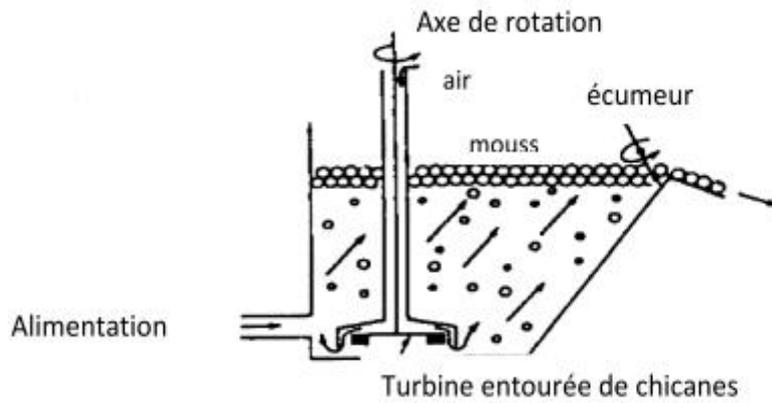


Figure III-4 : Cellule de flottation.

III.4.3.2- Les colonnes de flottation :(26)

Les colonnes constituent, ce qu'il est convenu d'appeler, équipements pneumatiques. En effet, le concept a été développé au Canada au début des années 1960. Elles sont particulièrement efficaces pour traiter les particules fines. Essentiellement, une colonne est constituée d'une longue section (circulaire ou carrée) relativement étroite. Typiquement, à l'échelle industrielle, les colonnes ont de 9 à 15 mètres de longueur et un diamètre de 0,5 à 3 mètres. Toutefois, en laboratoire, il est possible de construire des colonnes de façon artisanale, ayant une longueur de 2 mètres seulement. L'air est introduit par la base et sa dispersion sous forme de fines bulles est assurée par un diffuseur.

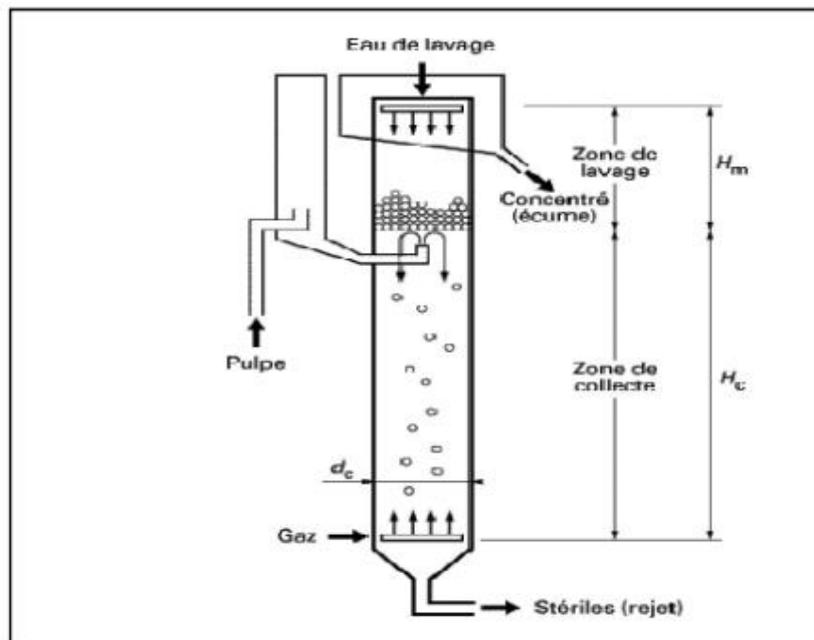


Figure III-5 : colonne de flottation.

III.4.4- Paramètres influençant l'opération de flottation : (27)

L'efficacité du procédé de flottation dépend des conditions suivantes :

- La grandeur du minerai à flotter
- La densité de la pulpe de flottation
- La gamme des réactifs de flottation utilisés
- L'intensité de l'aération et de l'agitation de la pulpe
- La température de la pulpe
- Influence du pH
- La durée de flottation, le schéma de flottation, le débit de la pulpe.

Toutes ces conditions ont une approche beaucoup plus pratique et on les détermine à partir de plusieurs essais.

III.5-La calcination:

La calcination est le processus de soumission d'une substance à l'action de la chaleur, mais sans fusion, dans le but de provoquer un changement dans son comportement physique ou chimique.

Il s'agit d'un traitement thermique visant à la décomposition d'un minerai et à l'élimination d'un produit volatil, CO_2 ou H_2O .

Les carbonates sont susceptibles d'un tel traitement, car leurs températures de décomposition sont peu élevées : $850\text{ }^\circ\text{C}$ pour CaCO_3 , $417\text{ }^\circ\text{C}$ pour MgCO_3 , $377\text{ }^\circ\text{C}$ pour MnCO_3 , $400\text{ }^\circ\text{C}$ pour FeCO_3 . Les réactions sont endothermiques : -50 kcal/mol ($1\text{ cal} = 4,184\text{ J}$) à $900\text{ }^\circ\text{C}$ pour CaCO_3 .

III.5.1- Les effets générés lors du processus de calcination :

1/ l'évacuation des eaux présentes dans le minerai, tel que l'humidité, l'eau de cristallisation ou l'eau de constitution.

2/ l'élimination d'une partie de la matière organique sous forme gazeuse (CO_2 , H_2O , ...),

3/ la calcination agit également sur les propriétés d'usage (composition, granulométrie, densité, dureté, porosité, surface spécifique, capacité calorifique, conductivité thermique...).(28)

III.5.2- Fours utilisés pour la calcination :

❖ Les Fours à moufle :

Sont construits de telle sorte que ni le fuel ni les gaz de combustion n'entrent en contact direct avec la matière à calciner. Un autoclave de fer, de brique ou de l'argile réfractaire, est placé sur la grille du foyer. Les Conduits de fumée sont construits autour de la cornue, et ces gaz chauds de l'incendie vont passer sur leur cheminée.

❖ Les fours à réverbère :

Sont construits dans de nombreuses formes, mais dans tous les cas les flammes et les gaz chauds de l'incendie sont en contact direct avec la matière à calciner, mais le combustible est séparé de lui. Le feu brûle sur la grille, et les flammes, en passant sur le pont, sont déviés vers le bas quartier par le toit en pente faible du four, et vont passer directement au-dessus de la surface de la charge dans le lit du four, enfin s'échapper par la gorge dans la cheminée. La charge est étalée en une fine couche sur le lit, et peut être soit oxydée ou réduite selon la méthode de cuisson.

❖ Les fours rotatifs :

Le four rotatif est une modification très importante du four à réverbère. Il s'agit d'un axe horizontal ou légèrement incliné sur un cylindre des plaques de fer ou d'acier, bordé de briques réfractaires ou autre matériau approprié résistant au feu, et ouvert à chaque extrémité. Les flammes d'une grille à une extrémité vont traverser sur le chemin de la cheminée. Le cylindre est tourné autour de son axe longitudinal au moyen d'un engrenage. Il est tourné jusqu'à ce que le trou d'homme sur le côté soit transporté directement dans un trou dans le plancher au-dessus ; le couvercle boulonné est enlevé et la charge des sous-évaluées dans la révolution du cylindre soulève la charge à fond.

Pour décharger le contenu, le cylindre est arrêté lorsque le trou d'homme est sur la face inférieure, le couvercle est enlevé, et la matière retombe sur le sol ou dans une voiture placée pour cela. Pour faciliter le déchargement, la doublure pente généralement de tous les côtés vers le trou d'homme. La vitesse varie d'environ deux tours à la minute, pour un tour dans cinq ou dix minutes. Ces fours sont maintenant largement utilisés, leurs avantages étant le mélange intime et même le chauffage de la charge et des grandes quantités, ce qui représente souvent plusieurs tonnes.

III.5.3- Caractéristiques de quelques fours de calcination :

- Fours rotatifs de 1000 t/j de capacité maximale pour des fines granulométries ; la consommation énergétique varie de 1200 à 1300 th/tonne ($1 \text{ th} = 4,184.10^6 \text{ J}$) ; les pertes énergétiques sont importantes ;
- Fours verticaux, dont les plus récents ont une capacité de 600 t/j, traitent des granulométries de 15 à 150 mm, avec une consommation énergétique de l'ordre de 800 th/tonne.

III.6- Conclusion :

On opère une calcination pour les minerais de phosphates soit pour éliminer la matière organique, soit pour éliminer la gangue carbonatée, dans des fours rotatifs, à lit fluidisé, ou à calcination éclair. Dans les opérations de décarbonatation, on est gêné par la formation d'anneaux dans les fours rotatifs, ou de prise en masse dans les fours à lit fluidisé. Les tonnages traités peuvent atteindre 250 t/h.

PARTIE
EXPERIMENTALE

CHAPITRE IV :
Caractérisation du Phosphate de
Djebel-Onk

IV.1- Introduction :

Avant de passer à la phase de traitement des minerais utiles, il faut d'abord connaître toutes les propriétés de la matière à traiter (caractéristiques physiques, chimique, minéralogiques...), une fois les caractéristiques de notre minerai sont déterminées on peut accéder à l'étape de choix d'une méthode d'enrichissement pour pouvoir obtenir une valorisation optimale qui va nous générer plus de profits et moins de couts (rentable) .

IV.2- Composition et origine de la roche de phosphate de Djebel-Onk :

Les gisements de phosphate de Djebel- Onk sont d'origine des restes des squelettes d'animaux marins qui consistent, comme pour les animaux terrestres un mélange de phosphates et de carbonates de calcium. Avec le temps, dans les fonds marins, les carbonates ont été remplacés par du fluor ce qui a pour effet de rendre le minerai plus stable.

IV.3- Caractéristiques minéralogiques :

Le minerai de phosphate est composé par la matière phosphatique et une exogangue.

La matière phosphatique : est formée par une endogangue et une association d'une fluorapatite carbonatée ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$).

L'endogangue tel que le quartz, l'eau et les matières organiques, représente 5% environ de la matière phosphatique. Il existe aussi de l'aluminium (Al), du fer (Fe), du magnésium (Mg) en quantités notables, des argiles en traces et du sodium (Na) et du chlore (Cl) mais à très faible pourcentage.

L'exogangue carbonatée est surtout dolomitique. La calcite est rare.

Dans tous les cas, le ciment est dolomitique (dolomite, souvent bien cristallisée en rhomboèdre). Le quartz, la glauconie (qui est une association de minéraux argileux intermédiaire entre le groupe des micas et le groupe des smectites), ainsi que les débris osseux sont partout présents mais en proportions plus ou moins importantes. Le tableau (5-1) ci-dessous présente la composition minéralogique de phosphate de Djebel-Onk.

ELEMENT	FORMULE CHIMIQUE
Phosphate tricalcique	$\text{Ca}_3 (\text{PO}_4)_2$
Carbonate de calcium (Calcite)	Ca CO_3
Dolomite	$\text{Ca Mg} (\text{CO}_3)_2$
Oxyde de fer	$\text{Fe}_2 \text{O}_3$
Gypse	Ca SO_4
Sulfate de soude	$\text{Na}_2 \text{SO}_4$
Chlorure de calcium	Ca Cl_2
Quartz	Si O_2
Alumine	$\text{Al}_2 \text{O}_3$
Sulfate, fluore et matières organiques	S, F, C

Tableau 4-1 : La composition minéralogique de phosphate de Djebel-Onk

IV.4- Prélèvement des échantillons :

Dans le cadre des essais d'enrichissement du minerai de phosphate de djebel-onk, on a effectué un échantillonnage, afin d'obtenir des échantillons représentatifs du minerai. Le poids total de ces prélèvements était d'environ 20 kilogrammes.

Tous les échantillons prélevés sont extrait du gisement de kef-essenoun.

Pour des diverses opérations, le prélèvement a été fait sur des différentes stations telles que :

- Sortie de concasseur à cône giratoire « BABITLESS » : les échantillons sont de dimensions inférieur à 200 mm, on a pris les deux qualités de phosphate beige et noir (environ 15 kg).

Après le prélèvement des échantillons sur le terrain, effectué aussi judicieusement que possible, le minerai sera par la suite traité par concassage, broyage et division, de manière à l'amener à l'état satisfaisant de minerai le plus représentatif du phosphate de Djebel Onk.

IV.5- Préparation des échantillons pour les analyses au laboratoire :

Les échantillons prélevés ont besoin de préparation mécanique pour pouvoir accéder aux analyses nécessaires pour l'identification et la caractérisation du minerai brut (tout-venant).

IV.5.1- Concassage :

Le concassage a pour but principal de réduire la dimension des grains de l'échantillon prélevé afin d'obtenir des particules qui nous permettent d'effectuer les différentes analyses possibles (caractérisation physique, analyse granulométrique...)

L'opération de concassage a été effectuée au niveau de laboratoire de Génie Minier à l'aide d'un concasseur à cône giratoire de type DENVER (Figure V-1)



Figure IV-1 : Concasseur à cône giratoire de type DENVER.

Nous avons effectué un concassage en deux étages pour éviter tout problème de blocage du concasseur par les gros blocs de minerai.

✓ **Concassage primaire :**

Dans ce stade on a réduit les dimensions de particules du 50 mm jusqu'à 25 mm avec un coefficient de réduction $i = 2$.

✓ **Concassage secondaire :**

Les échantillons ont subi à une réduction à partir de 25 mm jusqu'à 12.5 mm avec un indice de réduction toujours égal à 2.

IV.5.2- Echantillonnage :

L'échantillonnage ayant autant d'importance que les essais, on doit prendre toutes les précautions nécessaires pour obtenir des échantillons, vraiment représentatifs du minerai. Cette réduction est réalisée à partir de techniques visant à réduire au minimum les variations de mesure des caractéristiques entre l'échantillon obtenu en laboratoire (réduit) et celui prélevé en chantier.

Après concassage du minerai prélevé, on a procédé à deux techniques de partage, selon la granulométrie des particules :

- **Rifleur (Diviseur à couloires) :**

Ce procédé est utilisé pour des matériaux secs ou légèrement humides. C'est une technique qui consiste à diviser l'échantillon en deux parties homogènes et représentatives. Pour nos essais on a utilisé le diviseur à couloir (figure V-2) pour les particules dont la dimension est supérieure à 1mm (gros grains).

- **Echantillonneur automatique (Diviseur rotatif):**

C'est un diviseur automatique (Figure V-3) qui permet de réduire l'échantillon en plusieurs classes représentatives. Le minerai est déposé sur une goulotte d'alimentation de vitesse réglable qui permet de transporter le minerai vers la couronne dont la vitesse de rotation est réglable à son tour. Cette dernière est responsable de la répartition de l'échantillon sur les récipients. A la fin de l'opération, tous les récipients sont homogènes et représentatifs et peuvent faire l'objet d'analyses et de diverses manipulations nécessaires.

On a utilisé ce diviseur pour les particules ayant des dimensions inférieure à 1 mm (grains fins).



Figure IV-2 : Rifleur du laboratoire de Génie Minier



Figure IV-3 : Echantillonneur automatique de type Retsch - PT 100.

IV.6- Caractérisation physique :

IV.6.1- La masse volumique : (Annexe N° 1)

La masse volumique d'un matériau correspond à la masse contenue dans un volume égal à l'unité. Pour déterminer la masse volumique de notre échantillon, on a utilisé la méthode de l'éprouvette graduée.

$$\rho = \frac{M}{V_2 - V_1}$$

M : la masse du minerai,

V1 : volume initial de l'eau dans l'éprouvette,

V2 : volume de l'eau après versement de minerai dans l'éprouvette,

Donc, le calcul de la masse volumique du phosphate brut de djebel-onk a donné le résultat suivant :

- **L'échantillon de phosphate beige :**

M = 35.6 g, V1 = 150 ml, et V2 = 165 ml. Donc $\rho = 2.37$ g/ml.

- **L'échantillon de phosphate noir :**

M = 42 g, V1 = 150 ml, et V2 = 167 ml. Donc $\rho = 2.47$ g/ml.

IV.6.2- Taux d'humidité : (Annexe N°2)

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

$$T = \frac{M_0 - M_1}{M_0} * 100\%$$

M0 : Poids avant le séchage.

M1 : Poids après le séchage.

Les résultats trouvés sont comme suit :

- **L'échantillon de phosphate beige :**

M0 = 45 g, et M1 = 43.3g. Donc **T=3.8 %**

- **L'échantillon de phosphate noir :**

M0 = 44.3 g, et M1 = 42.9g. Donc **T=3.2 %**

IV.6.3- La dureté :

La dureté est définie par la résistance d'un minerai à la rayure ou à l'abrasion. Elle dépend de la structure cristalline et des forces de liaisons entre les atomes. Dans l'échelle de MOHS chaque minéral raye le précédent et il est rayé par le suivant.

Pour notre échantillon, le minerai de phosphate de djebel-onk est de base de l'apatite qui se classe parmi les minéraux de référence sur l'échelle de MOHS dont la dureté est **d=5**

IV.7- Analyse granulométrique :

L'analyse granulométrique permet de déterminer la grosseur et les pourcentages pondéraux respectifs des différentes classes de grains constituant les échantillons.

IV.7.1- Principe de l'essai :

L'essai consiste à classer les différents grains constituant l'échantillon en utilisant une série de tamis, emboîtés les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas. Le minerai étudié est placé en partie supérieure des tamis et les classements des grains s'obtiennent par vibration de la colonne de tamis.

IV.7.2- Mode opératoire :

Après avoir pratiqué un concassage au concasseur giratoire de type DENVER pour les deux qualités du phosphate (beige et noir), on a obtenu des particules inférieurs à 12.5 mm (détaillé plus tard). On a pris une quantité de 1 kg pour chacune des qualités.

Le choix de la série des tamis dépend de la disponibilité des tamis et la relation :

$$D(n + 1) = \frac{Dn}{\sqrt{2}}$$

Tel que : Dn = le diamètre du premier tamis

$D(n + 1)$ = le diamètre du tamis suivant

Exemple :

Pour notre échantillon, on a commencé par le tamis d'ouverture 10 mm (le plus grand tamis disponible). Ainsi pour obtenir le diamètre du tamis suivant on utilise la relation précédente :

$$D(n + 1) = \frac{Dn}{\sqrt{2}} \quad \leftrightarrow \quad D(n + 1) = \frac{10}{\sqrt{2}} = 7.07 \text{ mm}$$

Donc, l'ouverture du tamis suivant est de 7.07 mm, et comme nous n'avons pas un tamis de même caractéristique, on a choisi un autre qui est proche de 7.07 mm, qui est de 8 mm, et ainsi de suite jusqu'au dernier tamis disponible.

Après les calculs effectués pour le choix de la série des tamis, on a obtenu une série d'ouvertures allant de 10 mm jusqu'à 0.05 mm.

Le tamisage a été réalisé par voie sèche à l'aide d'une tamiseuse électrique de type **Retsch-AS200** (figure V-4) pendant une durée de 20 min.



Figure IV- 4 : Tamiseuse électrique de type Retsch- AS 200

IV.7.3- Résultats et graphes obtenus :

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 :

IV.7.3.a- L'échantillon du phosphate Beige :

Classe granulométrique (mm)	Refus (g)	Proportion des refus (%)	Refus cumulé (g)	Proportions des refus cumulés (%)	Proportions des passants cumulés (%)
+10	173.97	17.40	173.97	17.40	82.60
-10+8	135.62	13.56	309.59	30.96	69.04
-8+5	135.62	13.56	445.21	44.52	55.48
-5+4	38.36	3.84	483.56	48.36	51.64
-4+2	52.05	5.21	535.62	53.56	46.44
-2+1.6	2.33	0.23	537.95	53.79	46.21
-1.6+1.25	4.93	0.49	542.88	54.29	45.71
-1.25+1	6.71	0.67	549.59	54.96	45.04
-1+0.8	5.21	0.52	554.79	55.48	44.52
-0.8+0.63	17.67	1.77	572.47	57.25	42.75
-0.63+0.5	35.07	3.51	607.53	60.75	39.25
-0.5+0.315	69.86	6.99	677.40	67.74	32.26
-0.315+0.2	130.14	13.01	807.53	80.75	19.25
-0.2+0.125	128.08	12.81	935.62	93.56	6.44
-0.125+0.1	15.21	1.52	950.82	95.08	4.92
-0.1+0.08	11.51	1.15	962.33	96.23	3.77
0.08+0.05	16.16	1.62	978.49	97.85	2.15
-0.05	18.08	1.81	996.58	99.66	0.34

Tableau 4-2 : résultats d'analyse granulométrique d'un échantillon de phosphate beige du djebel-onk.

Remarque :

La perte à la masse durant l'essai de tamisage pour l'échantillon beige était de l'ordre de 3.42 g ce qui correspond à 0.34 %

Donc la perte à la masse est inférieure à 1 % qui est acceptable dans nos conditions.

➤ La courbe granulométrique :

- Le graphe qui représente la distribution des proportions de passants et refus cumulés en fonction des différentes classes granulométriques de l'échantillon de phosphate beige est montré en dessous (Figure V- 5).

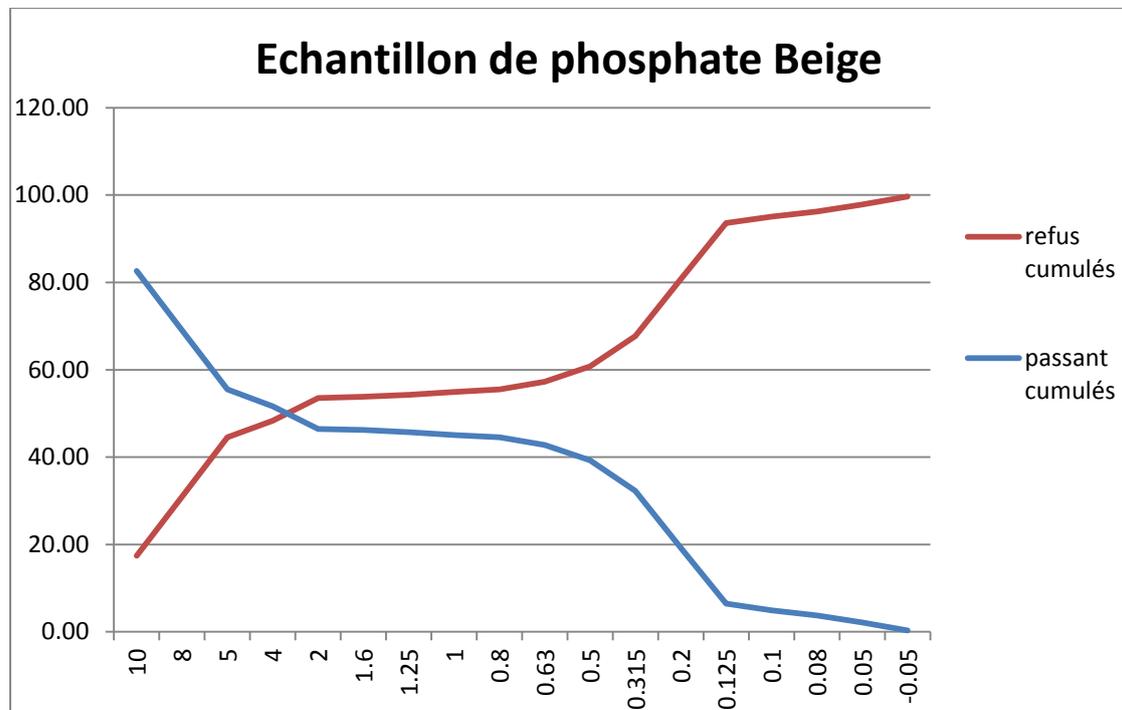


Figure IV- 5 : Courbe granulométrique de l'échantillon de phosphate beige

IV.7.3.b- L'échantillon du phosphate noir :

Classe granulométrique (mm)	Refus (g)	Proportion de refus (%)	Refus cumulé (g)	Proportion des refus cumulés (%)	Proportion des passants cumulés (%)
+10	271.60	27.16	0.272	27.16	72.84
-10+8	168.72	16.87	0.440	44.03	55.97
-8+5	133.74	13.37	0.574	57.41	42.59
-5+4	34.98	3.50	0.609	60.91	39.09
-4+2	57.61	5.76	0.667	66.67	33.33
-2+1.6	3.29	0.33	0.670	67.00	33.00
-1.6+1.25	5.76	0.58	0.676	67.57	32.43
-1.25+1	7.41	0.74	0.683	68.31	31.69
-1+0.8	3.70	0.37	0.687	68.68	31.32
-0.8+0.63	13.17	1.32	0.700	70.00	30.00
-0.63+0.5	20.58	2.06	0.721	72.06	27.94
-0.5+0.315	77.37	7.74	0.798	79.79	20.21
-0.315+0.2	86.01	8.60	0.884	88.40	11.60
-0.2+0.125	70.58	7.06	0.955	95.45	4.55
-0.125+0.1	8.85	0.88	0.963	96.34	3.66
-0.1+0.08	8.02	0.80	0.971	97.14	2.86
-0.08+0.05	11.32	1.13	0.983	98.27	1.73
-0.05	15.43	1.54	0.998	99.81	0.19

Tableau 4-3 : résultats d'analyse granulométrique d'un échantillon de phosphate (Noir) du Djebel-Onk

Remarque :

La perte à la masse durant l'essai du tamisage pour l'échantillon noir était de l'ordre de 2 g ce qui correspond à 0.2 %, qui reste acceptable par rapport aux conditions de l'expérience effectuée.

➤ La courbe granulométrique :

- La courbe granulométrique qui représente la distribution des proportions de passants et refus cumulés en fonction des différentes classes granulométriques de l'échantillon de phosphate noir est montré ci- dessous (Figure V- 6).

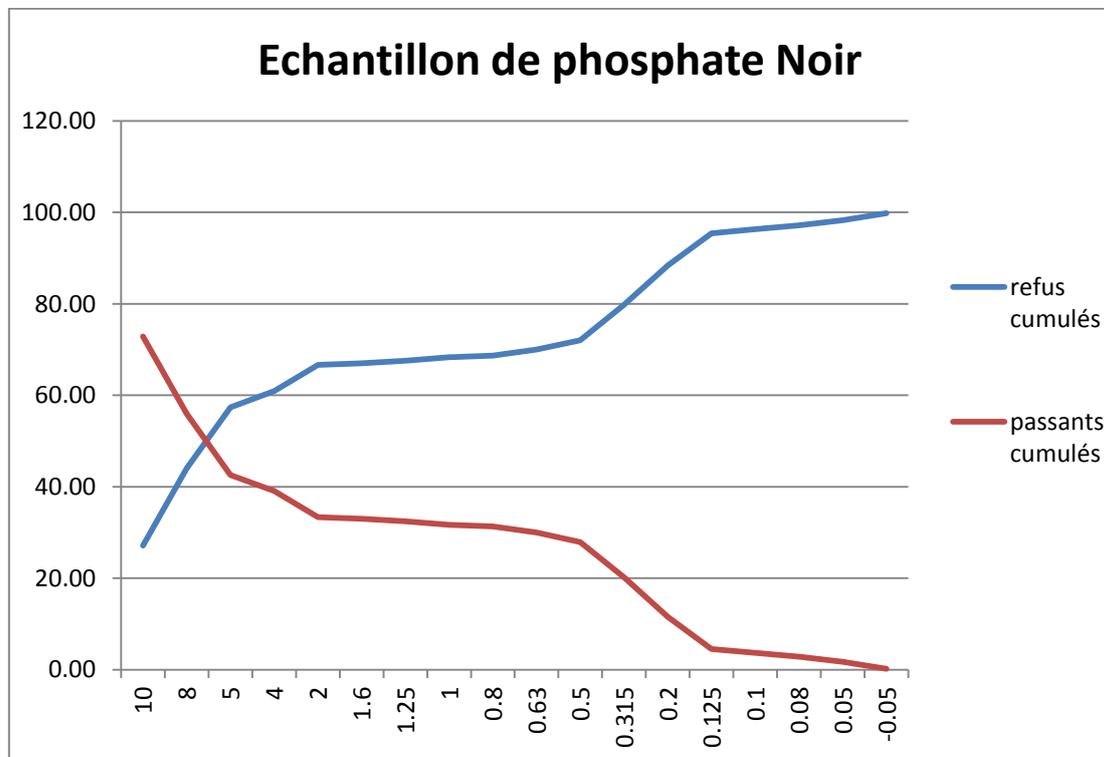


Figure IV- 6 : Courbe granulométrique de l'échantillon du phosphate noir

IV.7.4- Interprétation des courbes granulométriques :

L'interprétation des graphes obtenus n'est peut être effectuée exactement que par le calcul des coefficients bien précis pour pouvoir dire que notre échantillon contient plus de particules fines ou grosses et sa granulométrie est étalée ou serrée. Ces coefficients sont :

IV.7.4.1- Le coefficient d'uniformité C_u : qui représente en quelque sorte une caractérisation quantitative de l'étalement d'une courbe granulométrique, il peut être déterminé par la formule suivante :

$$C_u = \frac{D_{60}}{D_{10}} \text{«Module sans unité »}$$

Tel que :

D_{60} , D_{10} : diamètre des particules pour lesquelles, on a un pourcentage de passant cumulé égal à 60% et 10% respectivement.

D'après la valeur de C_u , on peut classer les matériaux en 5 classes :

- ✓ $C_u \leq 2$: granulométrie très serrée.
- ✓ $2 < C_u \leq 5$: granulométrie serrée.
- ✓ $5 < C_u \leq 20$: granulométrie semi étalée.
- ✓ $20 < C_u \leq 200$: granulométrie étalée.
- ✓ $200 < C_u$: granulométrie très étalée.

IV.7.4.2- Coefficient de courbure C_c : permet de quantifier la distribution des particules dans une courbe granulométrique, il est déterminé par la relation suivante :

$$C_c = \frac{(D_{30})^2}{D_{60} \times D_{10}} \text{«Module sans unité »}$$

Un matériau, comportant peu de particules fines, est généralement caractérisé par un coefficient de courbure supérieur à 1, alors qu'un matériau présentant une granulométrie étalée régulièrement aura un coefficient de courbure de 0.5 environ.

- ✓ Pour notre échantillon le calcul des coefficients d'uniformité et de courbure a donné les résultats suivants :

Echantillon	D 60	D10	D30	Cu	Cc
Beige	6	0.15	0.3	40	0.1
Noir	9	0.18	0.63	50	0.245

Tableau 4-4 : résultats de calcul des coefficients Cu et Cc

IV.8- Conclusion :

L'analyse granulométrique nous a permis de savoir la façon de distribution des particules de minerai par rapport aux différentes classes granulométriques, donc d'après les coefficients qu'on a calculés on peut dire que :

- L'échantillon de phosphate de Djebel-Onk (les deux qualités beige et noir) est caractérisé par une granulométrie étalée régulièrement et ne comporte pas un pourcentage considérable de particules fines.
- Quand on compare les deux échantillons de phosphate, on peut dire que le phosphate beige est caractérisé par une granulométrie moins étalée par rapport au phosphate noir, par contre ce dernier contient moins de particules fines que dans le phosphate beige.

CHAPITRE V :

Enrichissement du Phosphate par Flottation

V.1- Introduction :

La flottation est une technique de séparation des solides basée sur les différences existant entre leurs propriétés superficielles dans une solution aqueuse et dans l'air. Pour ce faire, on disperse des bulles d'air dans une suspension aqueuse de particules solides (pulpe) pour récupérer l'espèce minérale à séparer, rendue préalablement hydrophobe par un ajout de collecteur (surfactant). L'ensemble eau-bulles-particules hydrophobes est rassemblé sous forme d'une écume surnageante stabilisée par un moussant.

Plus de 60% des phosphates produits dans le monde sont traités par flottation qui peut être appliquée à des minerais siliceux ou à des minerais carbonatés.

Notre objectif dans ce chapitre est d'enrichir le minerai de phosphate de Djebel-Onk par l'élimination de la gangue telle que la silice (SiO_2) et les carbonates (calcite, dolomite).

Typiquement, le minerai doit subir une phase de préparation avant d'entrer dans la phase de flottation. Il doit être concassé et broyé à différentes fractions granulométriques ($< 250 \mu\text{m}$), pour pouvoir comparer et choisir la classe granulométrique favorable pour l'optimisation de procédé de flottation.

V.2- La préparation mécanique :

V.2.1- Le concassage :

L'opération de concassage est assurée par un concasseur à cône giratoire de type DENVER (**Figure V-1**).

Dans ce cas on a travaillé sur les échantillons concassés à 12.5 mm comme entrée de concasseur, et on a obtenu à la sortie un minerai concassé à 2.5 mm (concassage primaire), c.-à-d. un degré de concassage $I_1 = 5$.

Un deuxième concassage a été employé (concassage secondaire), là où on a atteint 1mm de diamètre à la sortie du concasseur, avec un degré de concassage $I_2 = 2.5$

Le minerai concassé sera par la suite passé sur l'opération de quartage et broyage pour qu'il soit prêt à l'utilisation directe dans la cellule de flottation.

V.2.2- L'échantillonnage (Division) :

Le minerai concassé à 1mm est introduit dans un diviseur rotatif de type Retsch PT-100 (**Figure V-3**), afin de le partager en 4 échantillons homogènes et représentatifs de minerai de phosphate de Djebel-Onk. Parmi ces échantillons on garde un seul comme échantillon réserve ou témoin, alors que les trois restants vont subir un broyage spécifique.

V.2.3- Le broyage :

Le broyage est effectué à l'aide d'un broyeur à billes de type Retsch PM-100 (Figure VI-1) sur les 3 échantillons représentatifs. Ce type de broyeur automatique est muni d'un afficheur qui nous a permis de régler la vitesse et le temps de broyage de telle façon à obtenir les produits suivants :

- Un échantillon broyé à 200 μm .
- Un échantillon broyé à 100 μm .
- Un échantillon broyé finement à 80 μm .



Figure V-1 : Broyeur à billes de type Retsch - PM 100.

Après avoir passé le minerai par la phase de préparation mécanique, les échantillons préparés (les deux qualités beige et noir) seront prêts à être employés dans la cellule de flottation, afin de les enrichir en P_2O_5 et les récupérer dans le concentré de flottation.

V.3- Les paramètres étudiés lors de l'opération de flottation :

Les essais de flottation ont été effectués sur les échantillons de phosphate de Djebel-Onk de type beige et noir dont les paramètres étudiés sont les suivants :

V.3.1- Les paramètres fixes :

Le collecteur, le déprimant, le rapport solide-liquide et le régulateur du milieu sont les paramètres qui ont été fixés durant tous les essais de flottation.

V.3.2- Le paramètre à changer :

On a choisi la fraction granulométrique comme paramètre à modifier afin de connaître la classe favorable pour le procédé de flottation du minerai de phosphate de Djebel-Onk. Pour cela on a varié les fractions suivantes : 200 μ m, 100 μ m, 80 μ m.

V.4- Les réactifs de flottation :

Pour le bon déroulement de l'opération de flottation, des réactifs chimiques spécifiques ont été choisis avec des quantités précises selon les essais effectués auparavant sur le minerai de phosphate. Ces réactifs sont indiqués comme suit :

- **Collecteur** : on a utilisé l'acide oléique comme collecteur pour tous les essais effectués. Grâce à ses propriétés, l'acide oléique permet de flotter les carbonates, le phosphate et les silicates.
- **Déprimant** : pour que le phosphate ne sera pas flotté à la surface de la pulpe avec les carbonates et la silice, un déprimant qui est l'acide oxalique était choisi pour faire plonger (déprimer) le phosphate au fond du récipient de flottation.
- **Régulateur du milieu** : pour fixer le PH entre 5.5 et 6, on utilise l'acide sulfurique (H₂SO₄) comme régulateur du milieu.

V.5- La densité de la pulpe (rapport solide-liquide) :

Pour que la récupération du concentré de flottation soit optimale, on a fixé le rapport solide-liquide à 25 % (r = 1/4) c.-à-d. : pour 150 g du minerai on met 600 ml d'eau.

$$r = (\text{solide}) / (\text{liquide}) = 150 / 600 = 1/4 = 25 \%$$

V.6- Protocole expérimental :

Pour que l'opération de flottation se déroule dans des conditions optimales, on doit suivre la procédure suivante :

- On pèse une quantité de 150g du minerai brut broyé, et on la met dans un récipient contenant 600ml d'eau.
- On place le récipient dans la cellule de flottation (Figure VI-2), et on laisse le mélange sous une agitation pendant une minute pour la formation d'une pulpe homogène.
- On teste la pulpe avec le papier PH, et on ajoute au fur et à mesure le régulateur du milieu (H_2SO_4) doucement jusqu'à obtenir un $PH = 6$.
- Une fois le PH du milieu atteint la valeur 6, on ajoute 250 mg de l'acide oxalique qui permet de déprimer le phosphate et empêcher toute liaison entre le collecteur et les grains de phosphate. On laisse le mélange toujours sous agitation pendant 5 minutes avant l'ajout du collecteur.
- On ajoute 3 ml de l'acide oléique (collecteur). Ce réactif se colle sur la surface des sables (silice) et des carbonates et flotte avec la gangue à la surface après l'injection de l'air (il les rend hydrophobes). Ce processus se déroule pendant 5 minutes.
- Après l'ajout de tous les réactifs chimique, on ouvre le bouton responsable de l'injection de l'air. En insufflant de l'air dans le mélange, nous provoquons la formation d'une mousse à la surface qui a la propriété de se mélanger aux carbonates et aux matières siliceuses mais non pas au phosphate. Ce dernier se dépose au fond de l'eau tandis que peuvent être recueillis à la surface les carbonates et les silicates.
- On effectue l'opération de raclage manuel pendant 4 minutes. On considère la quantité récupérée par raclage comme rejet 1.
- Le phosphate restant au fond du récipient sera soumis à une flottation de contrôle, là où on ajoute seulement le collecteur (1ml d'acide oléique) pendant 3 minutes, puis on injecte de l'air et on refait le raclage pendant 4 minutes.
- On considère la nouvelle quantité raclée comme rejet 2, et le produit rassemblé au fond comme concentré de flottation (la récupération).



Figure V-2 : Cellule de flottation utilisée au laboratoire de Génie Minier.

V.6.1- Remarque :

Cette procédure expérimentale a été effectuée sur tous les échantillons des deux qualités (beige et noir) et de différentes fractions granulométriques (200 μ m, 100 μ m, 80 μ m).

V.7- Schéma technologique de flottation :

L'opération de flottation peut être résumée dans le schéma technologique ci-dessous (Figure VI-3).

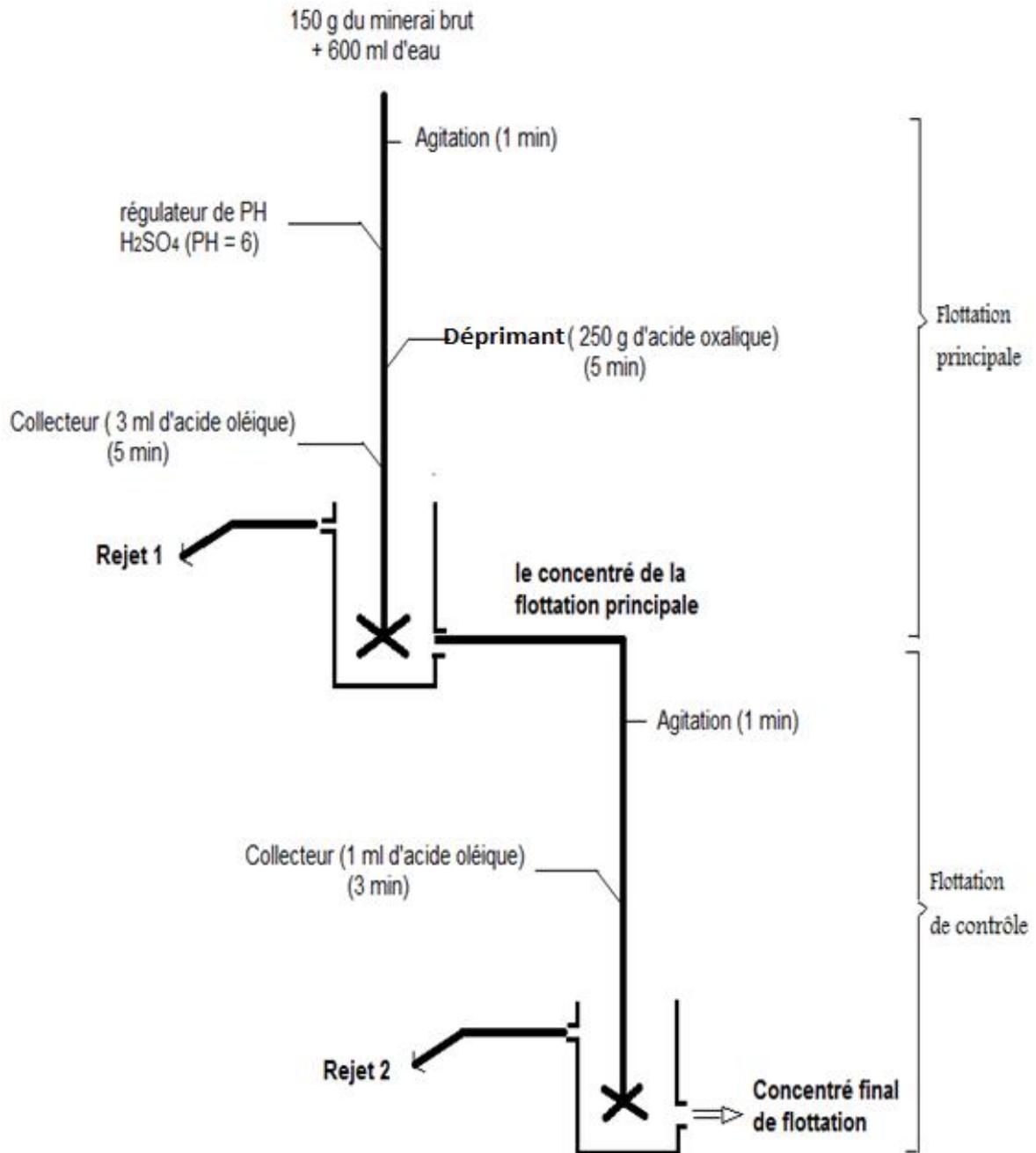


Figure V-3 : Schéma technologique de flottation.

V.8- Influence de la granulométrie sur le poids des échantillons :

Nous avons effectué une série des essais de flottation sur le minerai brut de phosphate de Djebel-Onk de deux qualités (beige et noir) sur des échantillons broyés à différentes classes granulométrique (200 μm , 100 μm , 80 μm).

Nous allons fixer la notation des échantillons pour le reste des expériences comme suit :

TV-B : le tout-venant beige.

TV-N : le tout-venant noir.

Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Echantillons	Granulométrie (μm)	Rejet 1 (g)	Rejet 2 (g)	Concentré (g)
TV-B	200	54	21.3	72
	100	47.3	32.3	68.3
	80	33	36	79
TV-N	200	60.9	40.5	47.4
	100	94.5	32	22
	80	65	39.5	43.5

Tableau 5-1 : Les poids obtenus après flottation pour les deux échantillons (TV-B, TV-N)

➤ Les graphes correspondant aux résultats obtenus sont montrés ci-dessous :

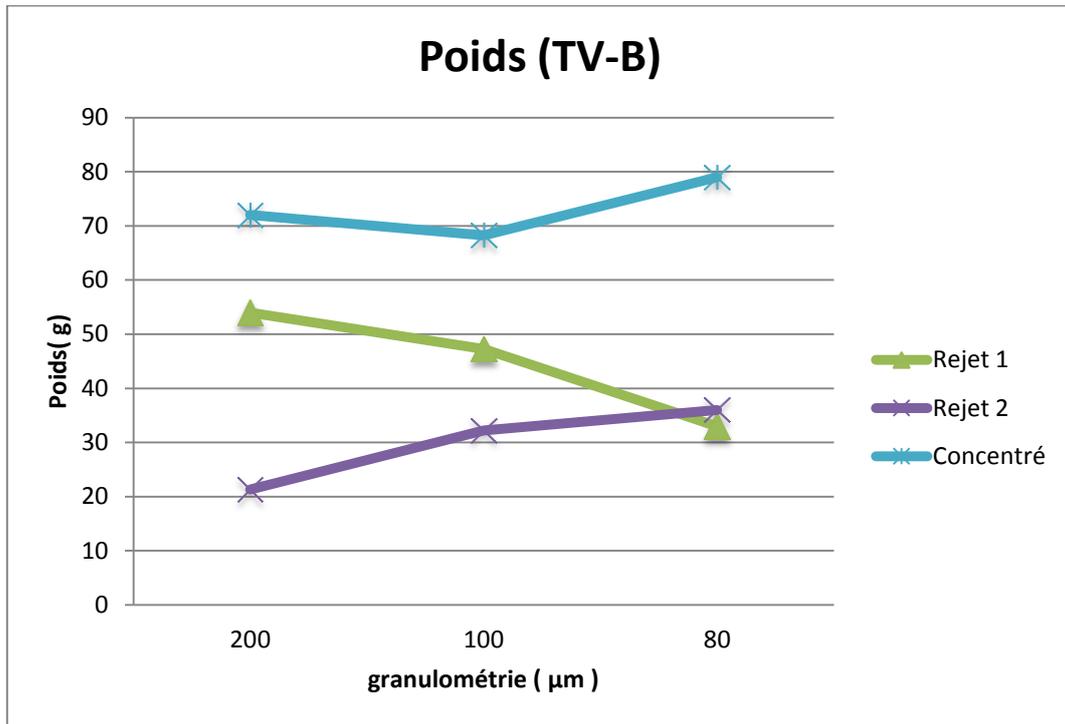


Figure V- 4 : Le poids en fonction de la granulométrie (TV-B)

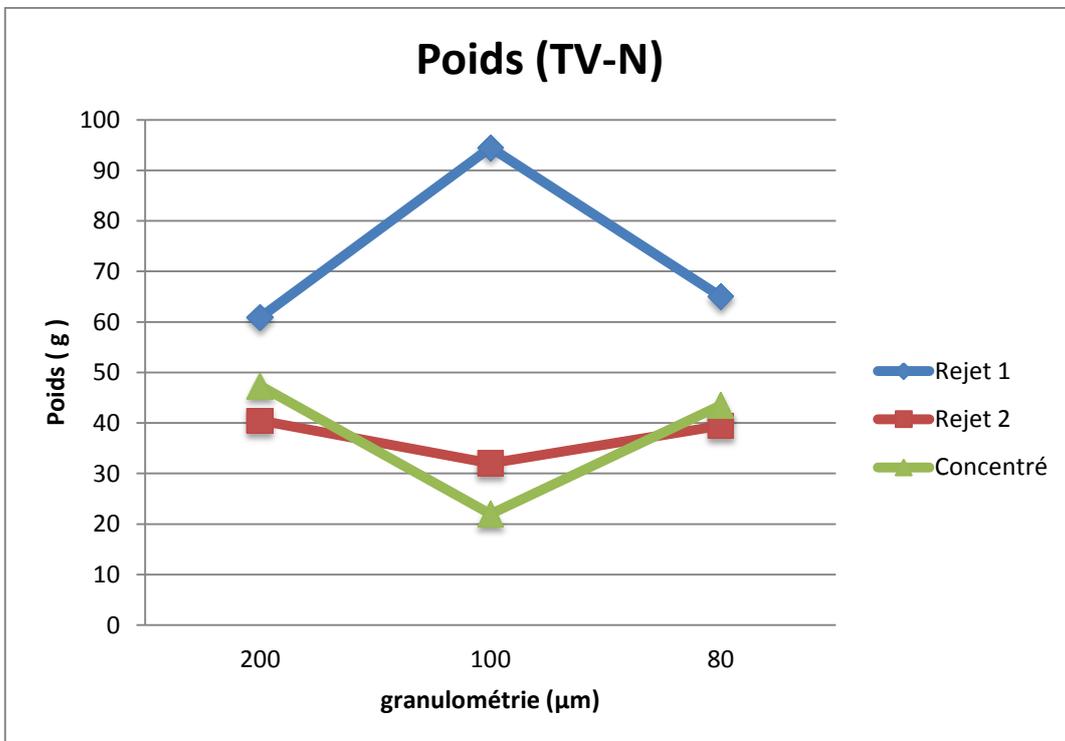


Figure V- 5 : Le poids en fonction de la granulométrie (TV-N).

V.8.1- Interprétation des graphes :➤ **Pour l'échantillon TV-B :**

On remarque que la quantité du rejet1 diminue lorsque la granulométrie diminue, par contre le rejet2 marque une augmentation remarquable quand la granulométrie diminue.

Pour le concentré, on voit que les poids obtenus présentent une variation qui ne respecte pas l'ordre de la granulométrie là où on a enregistré une quantité maximale pour la classe de 80 µm (C =79 g), tandis que les fractions 200 et 100 µm ont marquées des quantités peu proches.

➤ **Pour l'échantillon TV-N :**

Dans le cas de l'échantillon noir, on constate que le poids obtenu ne suit pas une variation précise par rapport à la granulométrie des échantillons que ce soit pour le rejet1 et 2 ou le concentré.

On peut remarquer clairement que la quantité maximale enregistrée pour le rejet1 correspond à une granulométrie de 100 µm, cette dernière répond aussi à la masse la moins importante du concentré (C=22 g)

V.9- Rendement en poids :

Il est défini comme étant le pourcentage du concentré récupéré par rapport à la quantité totale de l'échantillon utilisée, il peut être calculé par :

$$Rp = \frac{\text{concentré (g)}}{150} * 100 \%$$

Les résultats obtenus pour le calcul du rendement pondéral de chaque échantillon sont représentés dans le tableau ci-dessous :

Rendement en poids	Classe granulométrique		
	200 µm	100 µm	80 µm
Rp de TV-B (%)	48.0	45.5	52.7
Rp de TV-N (%)	31.6	14.7	29.0

Tableau 5-2 : Le rendement en poids des concentrés récupérés.

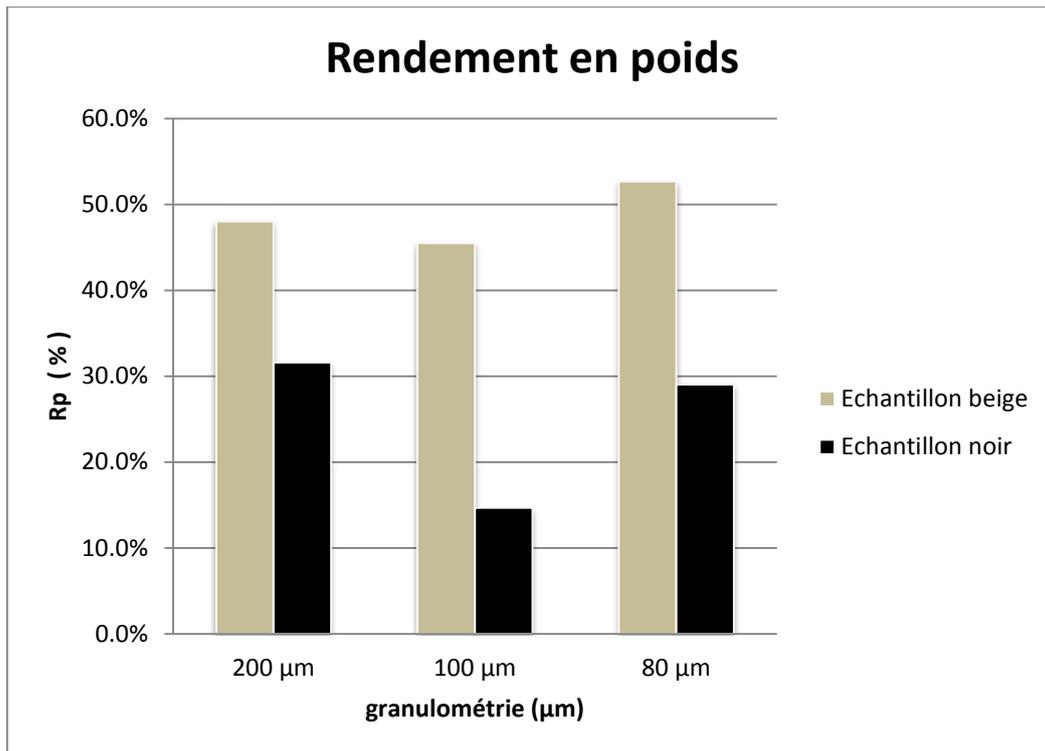


Figure V- 6 : Le rendement pondéral en fonction de la granulométrie des échantillons (TV-B et TV-N)

V.9.1- Commentaires :

- Le rendement pondéral le plus important pour l'échantillon beige correspond à la granulométrie de 80 μm, tandis que le rendement le plus faible est enregistré à la classe 100 μm.
- Pour le TV-N, 200 μm est la fraction qui donne le plus grand rendement, par contre la granulométrie qui marque un rendement minimum est celle de 100 μm.
- Le point commun dans les résultats obtenus des deux échantillons est bien la fraction granulométrique 100 μm. cette dernière correspond au plus faible rendement pour les deux échantillons TV-B et TV-N.

V.10- Analyses densimétriques :

Pour pouvoir comparer les résultats obtenus et choisir la fraction granulométrique favorable pour l'opération de flottation du phosphate de Djebel-Onk, et comme nous n'avons pas de matériel nécessaire pour faire des analyses chimique et connaître les différentes teneurs de P_2O_5 (TPL) obtenus après flottation, on a pensé passer aux analyses densimétrique sur les concentrés récupérés par flottation. Ces analyses n'ont été pas vraiment exactes à 100 %, mais ils nous ont donnés une idée sur la pureté (teneur en P_2O_5) des différents concentrés récupérés

Pour bien procéder à l'opération d'analyse densimétrique, on a utilisé la méthode au pycnomètre qui est favorable dans nos conditions de laboratoire.

V.10.1- Mode opératoire :

- Peser le pycnomètre vide : masse **m1**.
- Prendre environ 2,5 grammes de l'échantillon.
- Verser les 2,5 g préalablement séché dans le pycnomètre.
- Peser de nouveau le pycnomètre : masse **m2**.
- Remplir le pycnomètre à moitié avec de l'eau distillée et placer le tout sur la plaque chauffante et laisser chauffer (pour dégager les bulles d'air).
- Arrêter le chauffage quand l'eau est portée à ébullition. laisser le refroidir.
- Compléter avec de l'eau distillée jusqu'à la graduation 25 ml et peser de nouveau le pycnomètre: masse **m3**.
- Vider le pycnomètre de nouveau, le nettoyer et le sécher.
- Remplir le pycnomètre avec de l'eau distillée jusqu'à la graduation 250 cm³ et peser de nouveau le pycnomètre : masse **m4**.

Donc, la densité de l'échantillon est déterminée par la relation :

$$d = \frac{\rho_s}{\rho_w} = \frac{m_2 - m_1}{m_4 - m_1 - m_3 + m_2}$$

V.10.2- Résultats et discussion :

Le calcul de la densité de différents échantillons (bruts et concentrés) par la méthode au pycnomètre exprimée précédemment nous a donné les résultats suivants :

	Qualité	Echantillon	Granulométrie (μm)		
			200	100	80
Densité	Beige	TV-B	2.63	2.61	2.55
		Concentré (après flottation)	2.98	2.92	2.71
	Noir	TV-N	2.72	2.69	2.7
		Concentré (après flottation)	3.01	2.81	2.89

Tableau 5-3 : Résultats d'analyse densimétrique.

- ✓ On constate qu'il y a une amélioration en termes de densité de tous les échantillons après flottation, ce qui nous a permis d'avoir des concentrés dont les densités sont plus proches de la densité du phosphate (apatite) qui est comprise entre 3.16 et 3.2

V.10.3- L'histogramme de la densité du concentré :

Les essais effectués pour le calcul de la densité du concentré après flottation ont permis d'obtenir les résultats exprimés dans l'histogramme suivant :

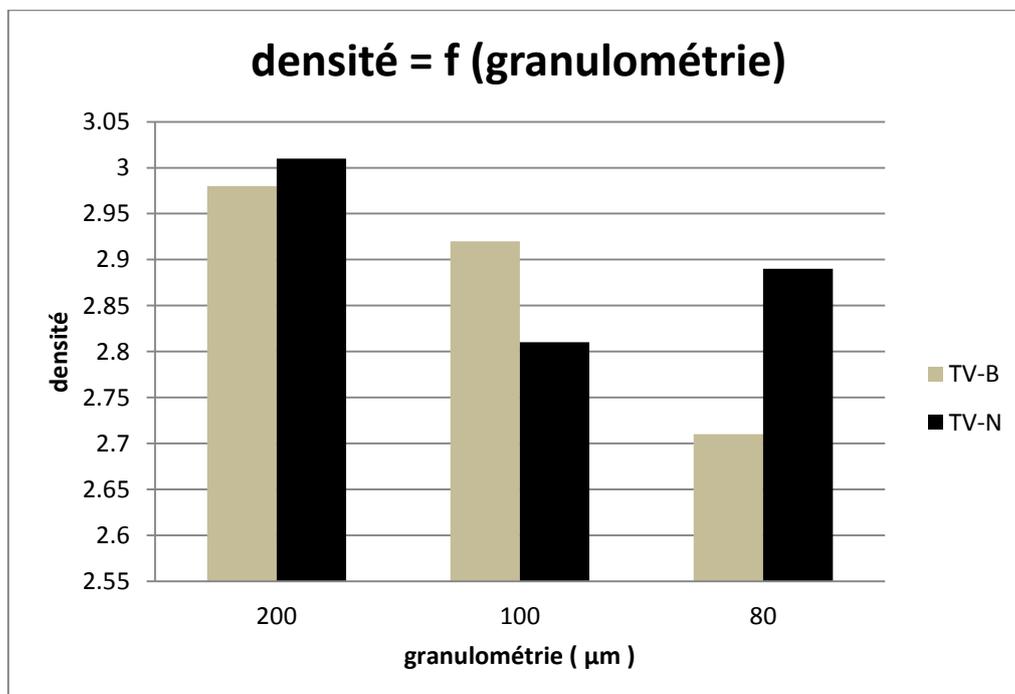


Figure V-7 : La densité du concentré de flottation en fonction de la granulométrie.

V.10.4- Interprétation des résultats :

- On remarque que la densité du concentré obtenu par flottation présente une relation proportionnelle avec la fraction granulométrique de l'échantillon beige, là où on voit une diminution de la valeur de densité quand la granulométrie diminue.
- Pour le TV-N, le concentré qui porte la plus grande valeur de densité correspond à la granulométrie 200 μm , tandis que la classe 80 μm a engendrée un concentré dont la densité est la plus faible.
- Les valeurs enregistrées de la densité donnent une approche sur la teneur de P_2O_5 dans les échantillons analysés. Donc pour choisir la fraction granulométrique favorable pour l'essai de flottation sur le phosphate de Djebel-Onk, il suffit de comparer les résultats de densité de différents concentrés obtenus après flottation.
- Le concentré qui a la plus grande teneur en P_2O_5 ou TPL correspond à celui dont la densité la plus proche de 3.16, cette dernière présente la densité de l'apatite pure. Donc plus la densité est grande plus la teneur en P_2O_5 est élevée.
- Pour nos échantillons, on constate que la classe granulométrique favorable pour la flottation de phosphate de Djebel-Onk pour les deux qualités (beige, noir) est celle de 200 μm .

V.11- Conclusion :

Le procédé de flottation effectué sur le tout-venant du phosphate de Djebel-Onk nous a permis d'obtenir des concentrés dont la densité (teneur) est clairement améliorée par rapport aux échantillons bruts.

A partir des essais qu'on a fait, On peut conclure que la flottation est optimale pour les deux qualités de phosphate dans le cas de la granulométrie 200 μm , là où on a enregistré les résultats suivants :

- Pour le TV-B: la densité atteint sa valeur optimale ($d = 2.98$) avec un rendement pondéral de 48 %.
- Pour le TV-N : on a enregistré une valeur très importante de densité ($d = 3.01$) correspond au rendement en poids égal à 31.6 %.

CHAPITRE VI :

Calcination du Phosphate de Djebel-
Onk

VI.1- Introduction :

La connaissance au préalable de la nature des stériles contenues dans le minerai phosphaté est très importante parce qu'elle permet de déterminer exactement le type de traitement approprié à ce minerai. En fonction de sa teneur en TPL, le minerai peut être classé en quatre catégories : le phosphate très basse teneur (TBT), le phosphate basse teneur (BT), le phosphate moyenne teneur (MT) et le phosphate haute teneur (HT). Les phosphates HT et MT ont des teneurs en TPL supérieures à 68 % (c.-à-d. : une teneur de P_2O_5 dépasse les 31%), et sont considérés comme des produits marchands, pour lesquels on utilise des méthodes conventionnelles telles que le séchage, ou quelque autres techniques de séparation physique. Par contre, pour les phosphates BT et TBT, quelques techniques spéciales peuvent être aussi appliquées telles que la calcination, dont l'un des effets essentiels est l'élimination d'une partie de la matière organique sous forme gazeuse (CO_2 , H_2O ...). Elle agit également sur les propriétés d'usage (composition, granulométrie, densité, porosité, surface spécifique, dureté, capacité calorifique, conductivité thermique...).

VI.2- Objectif de travail :

Notre objectif dans le présent chapitre est d'optimiser l'opération de traitement thermique par calcination en termes de température et de temps de calcination. Aussi, on fait varier la granulométrie pour choisir fraction granulométrique favorable pour le procédé de calcination.

Dans une seconde partie, on fera des essais de calcination sur le concentré obtenus après flottation, et sur la base des résultats obtenus on fait une comparaison entre les différents produits calcinés puis une conclusion sur l'efficacité de l'opération de calcination.

VI.3- Présentation du matériel utilisé lors de la calcination :

VI.3.1- Le four de calcination :

Pour que l'opération de calcination se déroule dans des conditions optimales, on a utilisé un four de laboratoire de type **Carbolite** (Figure VII.1). Ce type de fours permet de contrôler la température de calcination facilement (il augmente et dégrade la température rapidement) et peut atteindre une température maximale égale à 1400°C.



Figure VI -1 : Four de laboratoire de type **Carbolite**.

VI.3.2- Les creusets en porcelaine :

Pour introduire les échantillons dans le four de calcination, il nous a fallu utiliser des creusets résistants à des températures très élevées. Pour cela nous avons utilisé des creusets en porcelaine (Figure VII-2) dont la résistance peut atteindre 1300 °C.

On a choisi ce type de creusets à cause de son fond lisse pour éviter toute colle du minerai sur la surface intérieure des parois du creuset.



Figure VI-2 : Creuset en porcelaine utilisé dans la calcination.

VI.3.3- La balance de précision :

Pour la pesée des échantillons avant et après calcination, on a utilisé une balance de précision très sensible de type KERN (Figure VII-3) qui comporte 4 chiffres après la virgule. Ce type de balances permet de préciser la pesée et éliminer les erreurs du poids générées par la mauvaise prise de valeurs.

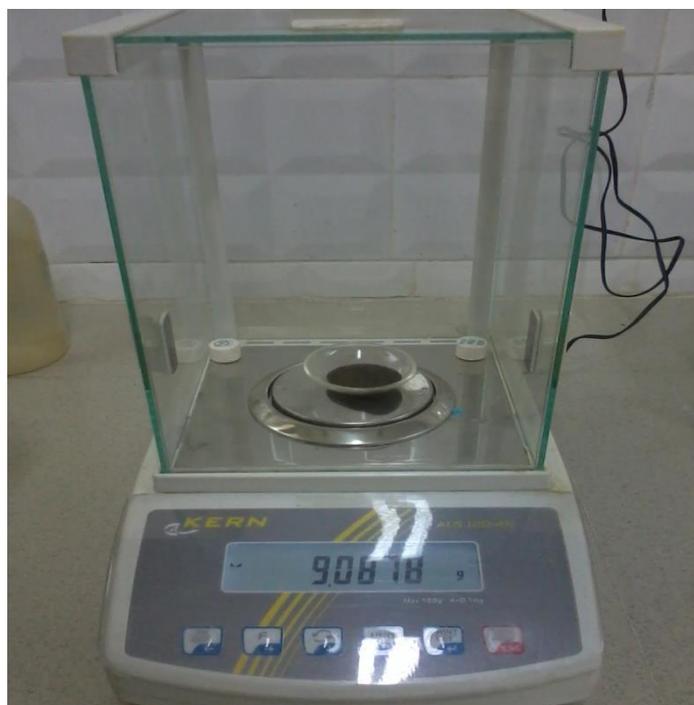


Figure VII-3 : Balance de précision de type KERN.

VI.4- Calcination du minerai brut de Djebel-Onk :

Pour cette partie, des essais de calcination seront effectués sur les échantillons bruts de Djebel-Onk (tout-venants).

VI.4.1- Influence de la température sur le minerai brut (beige et noir) :

Dans cette partie, on vise à déterminer la température optimale de calcination du tout-venant de Djebel-Onk.

VI.4.1.1- Mode opératoire :

Les essais de calcination sur les deux qualités du phosphate de Djebel-Onk ont été effectués selon la procédure expérimentale suivante :

- On pèse une masse de 10 g du minerai avec la balance analytique indiquée précédemment, et on la met dans le creuset en porcelaine.
- On allume le four et on fixe la température selon l'essai réalisé.
- Le creuset contenant le minerai sera introduit soigneusement à l'intérieur du four à l'aide d'une pince en acier.
- Le temps de calcination est réglé à l'aide d'un chronomètre. Nous avons fixé le temps de calcination à 15 min en utilisant des échantillons dont la granulométrie est de 200 μm à des températures variant entre 500 et 1100 °C.
- Après l'extraction des échantillons du four, les creusets contenant le minerai seront laissés refroidir avant d'être pesés. On passe par l'analyse densimétrique pour déterminer la densité des échantillons après calcination.

VI.4.1.2-Influence de la température sur la couleur des échantillons :

Les essais de calcination ont un effet remarquable sur la couleur des échantillons calcinés. Les figures suivantes (Figure VII-4, Figure VII-5) montrent clairement les changements de comportement des échantillons après calcination.

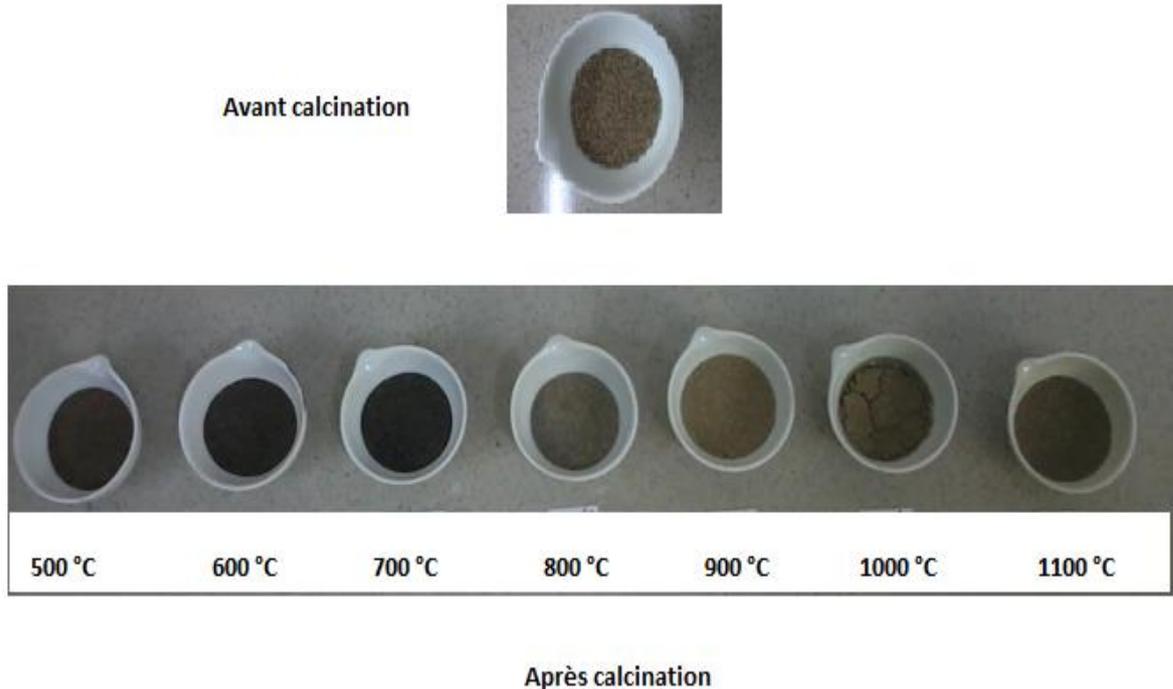


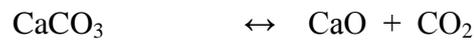
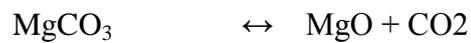
Figure VI-4 : Changement de couleur des échantillons beiges après calcination.

Du point de vue modification de la couleur du minerai de phosphate de Djebel-Onk, on remarque :

- ✓ A 500 °C, l'échantillon a pris une couleur marron,
- ✓ A 600 °C, l'échantillon a légèrement changé de teinte, passant d'un marron à un marron un peu plus foncé,
- ✓ A 700 °C, cet échantillon semble avoir subi un début de carbonisation partielle des composants organiques en prenant la couleur noire. Cependant, nous ne pouvons pas encore affirmer que la décomposition des carbonates ait eu lieu totalement, puisque la couleur blanche de la chaux n'est pas, encore, apparente,
- ✓ A 800 °C, cette couleur blanche ayant fait son apparition, la décomposition des carbonates commence donc à avoir lieu et marque son début de progression,
- ✓ A 900 °C, la couleur devenant beaucoup plus claire, cela signifie que le taux de décomposition des carbonates croît de plus en plus et évolue vers la fin du traitement,
- ✓ A 1000°C, la calcination du minerai de phosphate de djebel Onk est complète, à cause de la couleur qui était presque la même.
- ✓ A 1100 °C, il n'y a pas vraiment un changement remarquable dans la couleur de l'échantillon ce qui signifie que l'échantillon n'a pas été influencé par l'augmentation excessive de la température.

Lors de la calcination de minerai de phosphate de Djebel-Onk, plusieurs réactions aient eu lieu, à savoir :

- Au-dessus de 100 °C, les molécules d'eau interfoliaires qui sont emprisonnées entre les feuillets du minéral, se libèrent,
- Vers 550 °C, 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 sels volatils se vaporisent,
- La destruction thermique des carbonates (dolomite, calcite, magnésite) en dégageant le gaz carbonique, on aura les réactions suivantes :



Pour pouvoir choisir la température optimale de calcination, nous allons comparer les résultats obtenus concernant la perte au feu (la perte à la masse) des différents échantillons chauffés à différentes températures.

VI.4.1.3- Influence de la température sur le poids de l'échantillon :

Le tableau ci-dessous (Tableau 7-1), représente l'influence de la température sur la masse des échantillons calcinés, tel que :

M0 = la masse initiale de l'échantillon avant calcination.

M1 = la masse de l'échantillon beige après calcination.

ΔM1 = la perte à la masse de l'échantillon beige en (%).

M2 = la masse de l'échantillon noir après calcination.

ΔM2 = la perte à la masse de l'échantillon noir en (%).

d1 = la densité de l'échantillon beige après calcination.

d2 = la densité de l'échantillon noir après calcination.

Cette nomenclature sera utilisée pour tous les tableaux qui suivent dans le présent chapitre.

Température (°C)	500	600	700	800	900	1000	1100
M0 (g)	10	10	10	10	10	10	10
M1 (TV-B) (g)	9.5	9.37	9.1	8.71	8.51	8.5	8.51
$\Delta M1$ (%)	5	6.3	9	12.9	14.9	15	14.9
Densité (d1)	2.7	2.72	2.75	2.81	2.84	2.84	2.83
M2 (TV-N) (g)	9.46	9.23	9.01	8.61	8.29	8.27	8.26
$\Delta M2$ (%)	5.4	7.7	9.9	13.9	17.1	17.3	17.4
Densité (d2)	2.75	2.76	2.79	2.83	2.89	2.9	2.9

Tableau 6-1 : Effet de la température sur la masse du tout-venant.

Les graphes correspondant aux résultats du tableau précédent sont montrés ci-dessous :

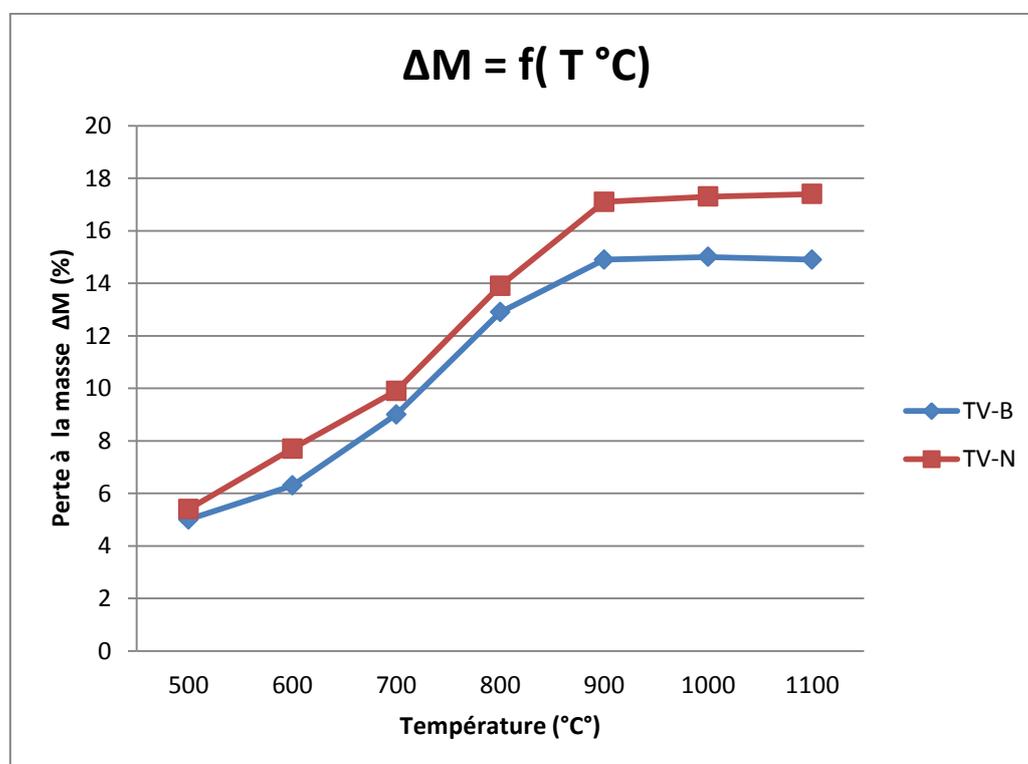


Figure VI-5 : La perte à la masse en fonction de la température.

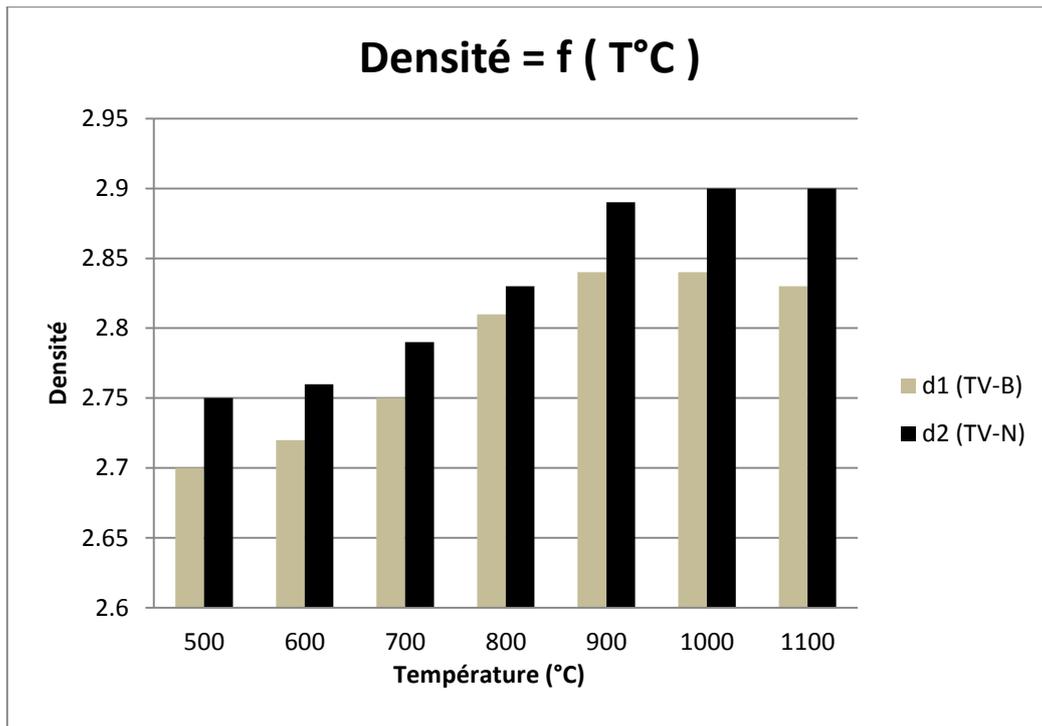


Figure VI-6 : La densité en fonction de température.

VI.4.1.3.1- Interprétation :

- A partir de graphe, nous remarquons qu'il y a une relation proportionnelle entre la perte à la masse (perte au feu) et la température de calcination dans l'intervalle compris entre les températures 500 et 900°C pour les deux échantillons testés (TV-B et TV-N), car on a une augmentation dans la proportion de perte à chaque augmentation de la température,
- Dans l'intervalle 900 – 1100°C, la perte à la masse a une tendance de se stabiliser malgré que la température augmente, ce signifie la fin de l'opération de calcination.
- La perte de masse représente une relation proportionnelle avec la densité (la teneur en TPL), ce qui est confirmé dans l'histogramme de densité, puisque la diminution du poids de l'échantillon est due seulement à la destruction des carbonates, l'oxydation des matières organiques et au dégagement des gaz (CO₂ et H₂O). Elle n'a aucun effet sur la teneur de phosphate tricalcique Ca₃(PO₄)₂(TPL).
- Le pourcentage de perte pour les échantillons noirs était toujours plus grand en comparant avec les beiges, cela due à la présence de la matière organique dans le TV-N, alors que ce n'est pas le cas pour le TV-B. Donc l'élimination de la matière organique pendant la calcination de l'échantillon noir a influencé positivement sur la perte à la masse enregistrée et aussi sur la densité d'échantillon calciné.

- La température optimale qui correspond à une perte maximale de la masse, et une densité proche de la densité d'apatite pure (une teneur optimale en TPL) est celle de 900°C, là où on a enregistré 14.9 % de perte pour l'échantillon beige ($d_1=2.84$), et 17.1 % de perte pour le noir ($d_2= 2.89$).
- Pour les températures 1000 et 1100°C, nous avons remarqué une variation négligeable en termes de perte en masse et de densité, par rapport à la température 900°C, c'est pour cela qu'on ne les a pas pris comme des températures optimales de calcination.

A partir des essais effectués sur les échantillons à des différentes températures, on conclut que la température optimale de calcination pour le tout-venant de phosphate de Djebel-Onk est de 900°C.

Dans les prochains essais, on essaye de déterminer le temps optimal de calcination.

VI.4.2- Influence de temps de séjour sur la calcination du tout-venant:

Pour déterminer le temps de séjour favorable pour l'opération de calcination :

- On pèse 6 échantillons de 10 g, avec une granulométrie de 200 μ m, et on les introduit à l'intérieur du four.
- Dans ce cas la température de four est fixée à la température optimale de calcination 900 °C déterminée par l'expérience précédente.
- A l'aide d'un chronomètre, on varie le temps entre 10 et 60 minutes. A chaque 10 minute on extrait un échantillon et on le laisse refroidir avant de passer à la pesée.
- Les échantillons refroidis seront analysés afin de déterminer leurs densités par la méthode au pycnomètre.

Les résultats obtenus concernant la perte du poids des échantillons (TV-B et TV-N) lors de la calcination sont représentés dans le tableau suivant :

Temps (min)	10	20	30	40	50	60
M0 (g)	10	10	10	10	10	10
M1(TV-B) (g)	9.25	8.89	8.7	8.57	8.59	8.74
$\Delta M1$ (%)	7.5	11.1	13	14.3	14.1	12.6
d1	2.73	2.79	2.8	2.83	2.82	2.79
M2(TV-N) (g)	8.99	8.66	8.56	8.43	8.22	8.45
$\Delta M2$ (%)	10.1	13.4	14.4	15.7	17.8	15.5
d2	2.7	2.83	2.85	2.88	2.9	2.88

Tableau 6-2 : Résultats de la perte au feu en fonction de temps de calcination.

- Pour bien interpréter les résultats du tableau, on trace le graphe correspondant (Figure VII-6) qui va nous donner une image claire sur les valeurs obtenues.

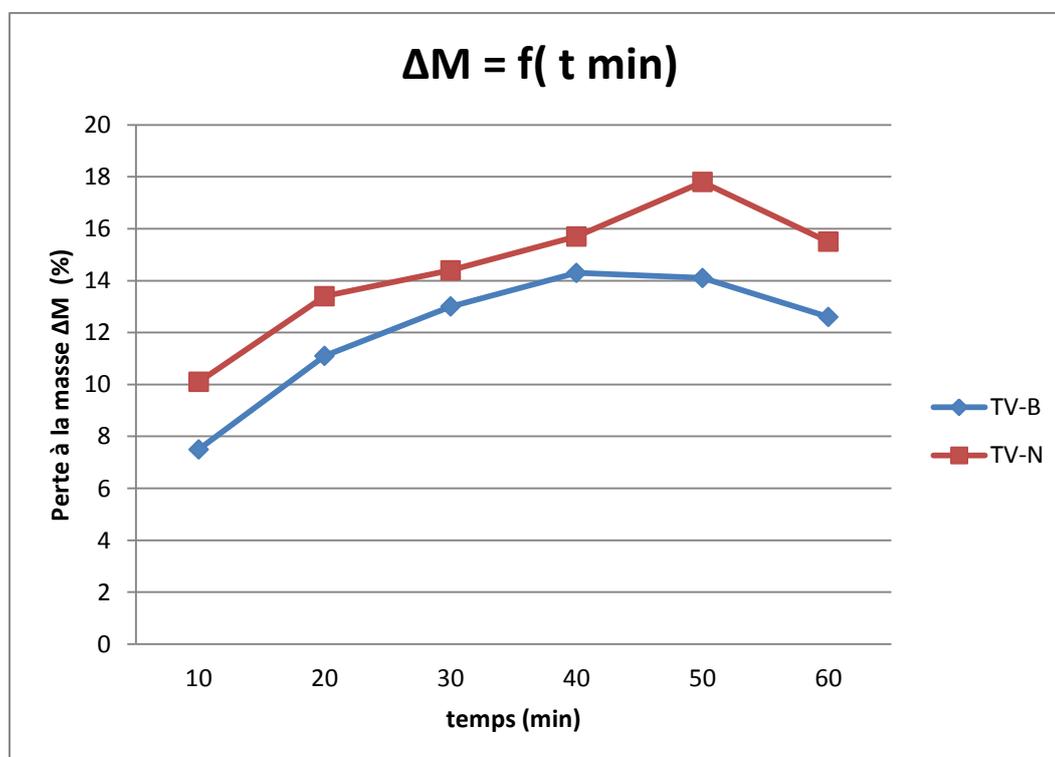


Figure VI-7 : La perte à la masse en fonction de temps de calcination.

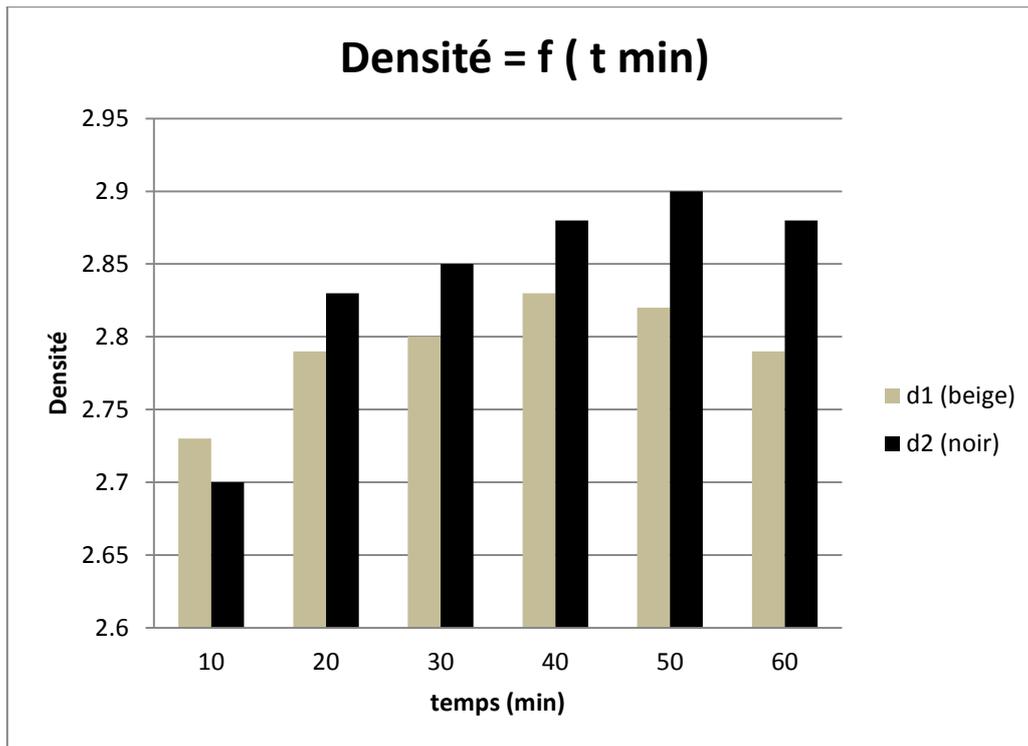


Figure VI-8 : La densité en fonction de temps de calcination.

VI.4.2.1- Interprétation :

➤ **Pour le TV-B :**

On remarque que la perte à la masse et la densité augmentent avec le temps dans l'intervalle [0 – 40 min]. A la limite de cet intervalle, le pourcentage de perte et la densité arrivent aux valeurs maximales 14.3% et 2.83 respectivement, Ensuite la densité et la perte du poids commencent à diminuer et continuent jusqu'à la fin.

➤ **Pour le TV-N :**

Dans ce cas la perte de masse et la densité ont vu les mêmes évolutions que celles de l'échantillon beige, à la différence seulement de la proportion maximale de la perte en masse est de 17.8 %, et la densité de 2.9. Ces valeurs ont été enregistrées avec l'échantillon correspond au temps de 50 minutes.

➤ Le taux de perte pour les échantillons noirs est plus important que dans le cas des échantillons beiges, ce qui confirme l'existence de la matière organique dans le tout-venant noir.

➤ L'opération de calcination sur l'échantillon noir nécessite un peu plus de temps par rapport à celle du beige, pour pouvoir évacuer la totalité de la matière organique en plus des gaz de CO₂ et H₂O.

- Chaque augmentation dans la valeur de perte en poids de l'échantillon correspond à une augmentation dans sa densité (sa teneur en TPL), donc les meilleurs résultats concernant le pourcentage du TPL sont enregistrés dans les temps de calcination de 40 et 50 minutes pour les échantillons beiges et noirs respectivement.
- A partir des résultats obtenus, on peut conclure que le temps optimal de calcination est de 40 minutes pour le TV-B, et 50 minutes pour le TV-N.

Dans les essais prochains, on doit déterminer la fraction granulométrique favorable pour la calcination du tout-venant de phosphate de Djebel-Onk.

VI.4.3- Influence de la granulométrie sur l'opération de la calcination :

La granulométrie est un paramètre essentiel dans la calcination de phosphate. Pour cela, on a fait des essais sur les échantillons broyés à différentes classes granulométriques des deux qualités du tout-venant de Djebel-Onk afin de déterminer la meilleure fraction granulométrique qui donne les meilleurs résultats après calcination.

- Dans ce cas d'expérimentation, nous avons fixé la température et le temps de calcination suivant les résultats obtenus dans les essais précédents, c.-à-d. :
La température est fixée à 900 °C, avec un temps de calcination de 40 minutes pour les échantillons beiges et de 50 minutes pour les noirs, en utilisant des classes granulométriques allant de 0 jusqu'au 1 mm (Tableau 7-3).
Les résultats obtenus concernant le pourcentage du poids perdu et la densité sont représentés dans le tableau suivant :

granulométrie (μm)	1000	800	630	500	315	200	100	80	< 80
M0 (g)	10	10	10	10	10	10	10	10	10
M1(TV-B) (g)	8.63	8.17	6.9	8.73	8.34	8.7	8.73	8.51	8.72
ΔM1 (%)	13.7	18.3	31	12.7	16.6	13	12.7	14.9	12.8
d1	2.83	2.89	3.09	2.81	2.87	2.80	2.80	2.85	2.81
M2(TV-N) (g)	9.2	7.6	8.12	6.03	7.75	8.43	8.58	8.3	8.75
ΔM2 (%)	8	24	18.8	39.7	22.5	15.7	14.2	17	12.5
d2	2.77	2.98	2.92	3.12	2.97	2.85	2.84	2.9	2.80

Tableau 6-3 : Résultats de la variation des classes granulométriques.

Le graphe correspond aux résultats de perte de masse est le suivant :

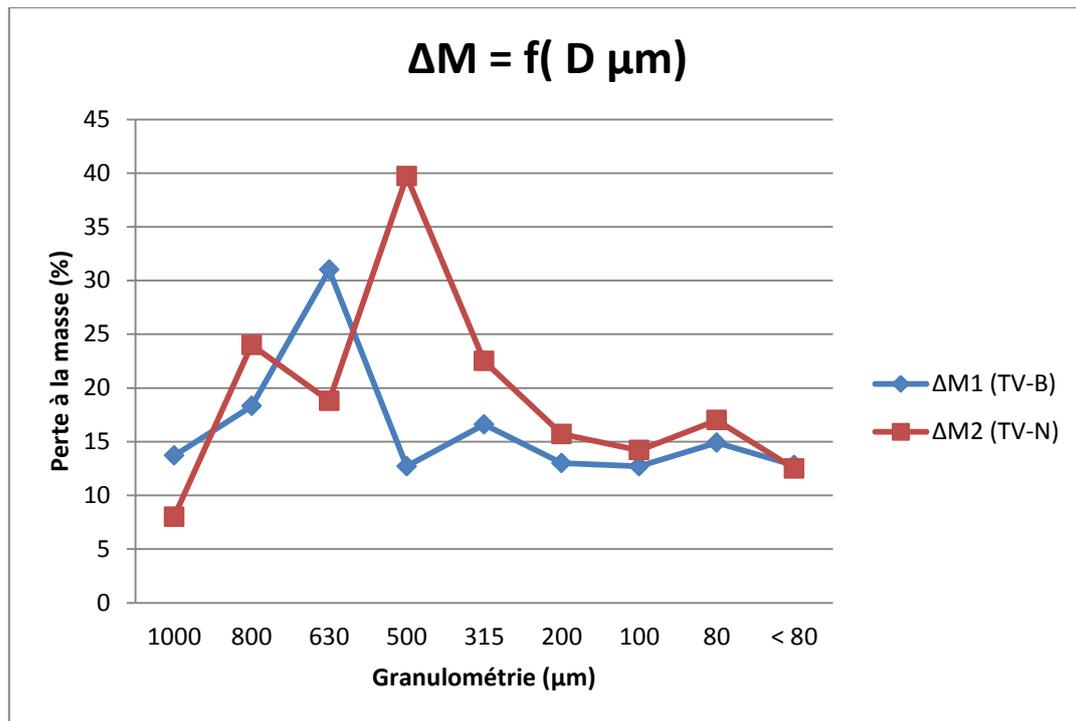


Figure VI-9 : La perte de masse en fonction de la granulométrie.

L'histogramme de la densité est montré ci-dessous :

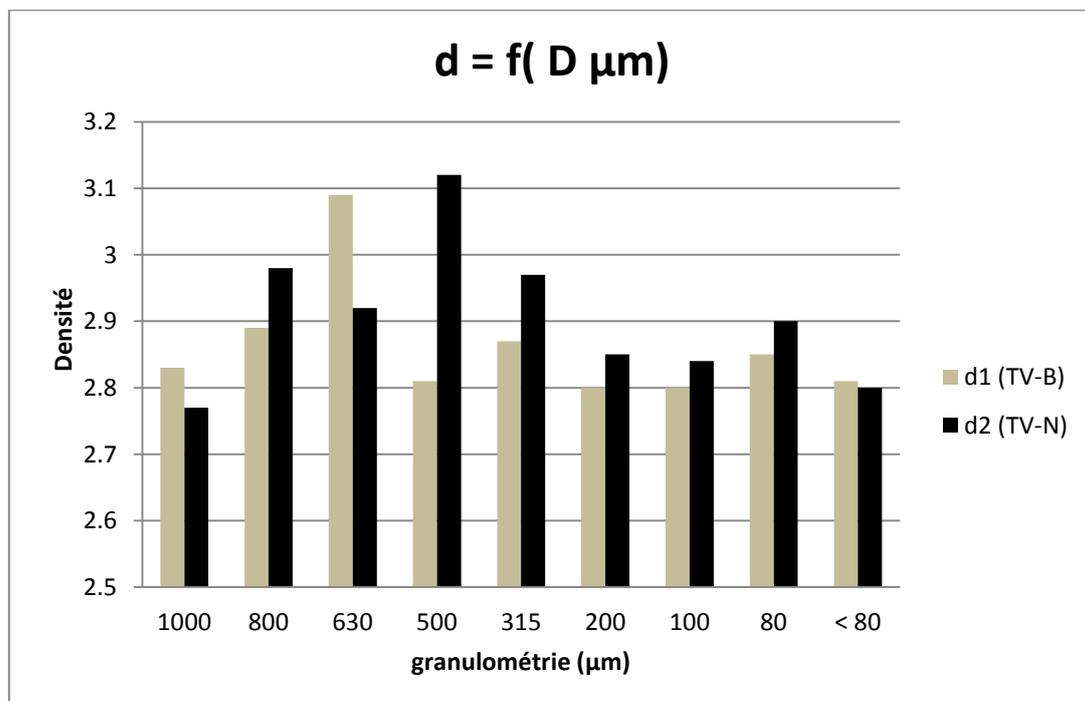


Figure VI-10 : La densité en fonction de la granulométrie.

VI.4.3.1- Interprétation :

- Le graphe de la perte de masse ne montre pas une relation précise entre la granulométrie et le poids perdu, on peut seulement citer que la perte maximale a été enregistrée dans la granulométrie 630 μ m pour le TV-B, et 500 μ m pour le TV-N, avec des pourcentages de 31 et 39.7 % respectivement,
- L'histogramme de la densité présente presque les mêmes évolutions marquées dans le graphe de perte à la masse, tel qu'on a enregistré les meilleures densités dans le cas de la granulométrie 630 μ m pour le TV-B, et 500 μ m pour le TV-N,
- Les valeurs de densité enregistrées pour les granulométries 630 μ m (beige) et 500 μ m (noir), sont très importantes (3.09 et 3.12 respectivement). Ces valeurs sont très proches de la densité réelle d'apatite pure ($3.16 < d < 3.2$), ce qui signifie que la teneur en TPL a touché des valeurs très élevées, qui restent à confirmer par les analyses chimiques.

Donc, à partir des résultats obtenus, on peut conclure que la classe granulométrique favorable pour une calcination optimale du tout-venant de phosphate de Djebel-Onk est 630 μ m pour l'échantillon beige, et 500 μ m pour la qualité noire.

VI.4.4- Conclusion :

Selon les résultats obtenus concernant les essais de calcination effectués sur le minerai brut de phosphate de Djebel-Onk, on conclut que la calcination est optimale dans les conditions suivantes :

- ✓ Pour le TV-B : la granulométrie favorable est 630 μ m sous une température de 900 °C, pendant un temps de 40 minutes. Cela va nous générer un produit calciné riche en TPL avec une densité de 3.09
- ✓ Pour le TV-N : la classe granulométrique est 500 μ m, avec un temps de 50 minutes sous une température de 900°C. Dans ce cas la calcination donne un produit dont la densité est de 3.12 avec une teneur très importante en TPL.

VI.5- La calcination du concentré de flottation :

Dans cette partie, on fera des essais de calcination sur le produit obtenu après flottation et on fait une comparaison entre les résultats trouvés avant et après la calcination.

Nous avons utilisé les concentrés de flottation des deux qualités (beige et noir), dont les granulométries 200 μm , 100 μm , 80 μm .

Des échantillons de 10g seront introduits dans le four sous les conditions de température de 900°C et du temps de 40 minutes pour les échantillons beiges, et 50 minutes pour les noirs. Les résultats obtenus concernant la perte du poids et les densités avant et après calcination sont représentés dans le tableau suivant :

Granulométrie (μm)	concentré de flottation		
	200	100	80
M0 (g)	10	10	10
d0 (B)	2.98	2.92	2.71
d0 (N)	3.01	2.81	2.89
M1 (B) (g)	8.24	8.51	8.99
ΔM1 (%)	17.6	14.9	10.1
d1 (B)	3.07	2.99	2.82
M2 (N) (g)	8.25	8.55	8.96
ΔM2 (%)	17.5	14.5	10.4
d2 (N)	3.1	2.93	2.98

Tableau 6-4 : Résultats de calcination du concentré de flottation.

Tels que :

d0 (B) : la densité de concentré beige avant calcination.

d0 (N) : la densité de concentré noir avant calcination.

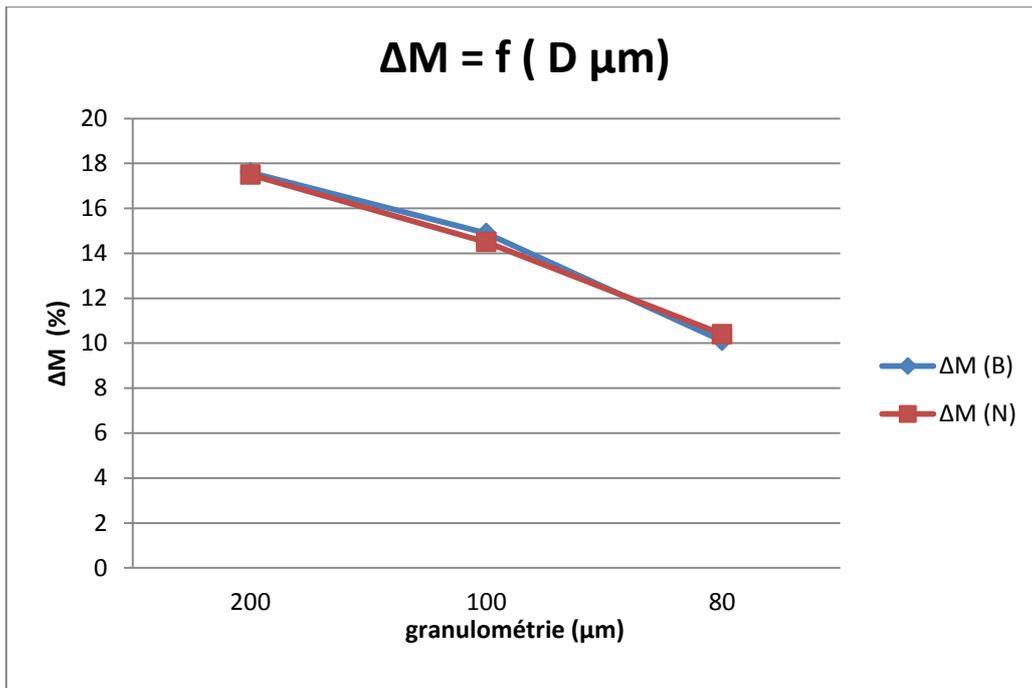


Figure VI-11 : La perte à la masse en fonction de la granulométrie du concentré de flottation.

L'histogramme correspond aux résultats de densité après calcination est le suivant :

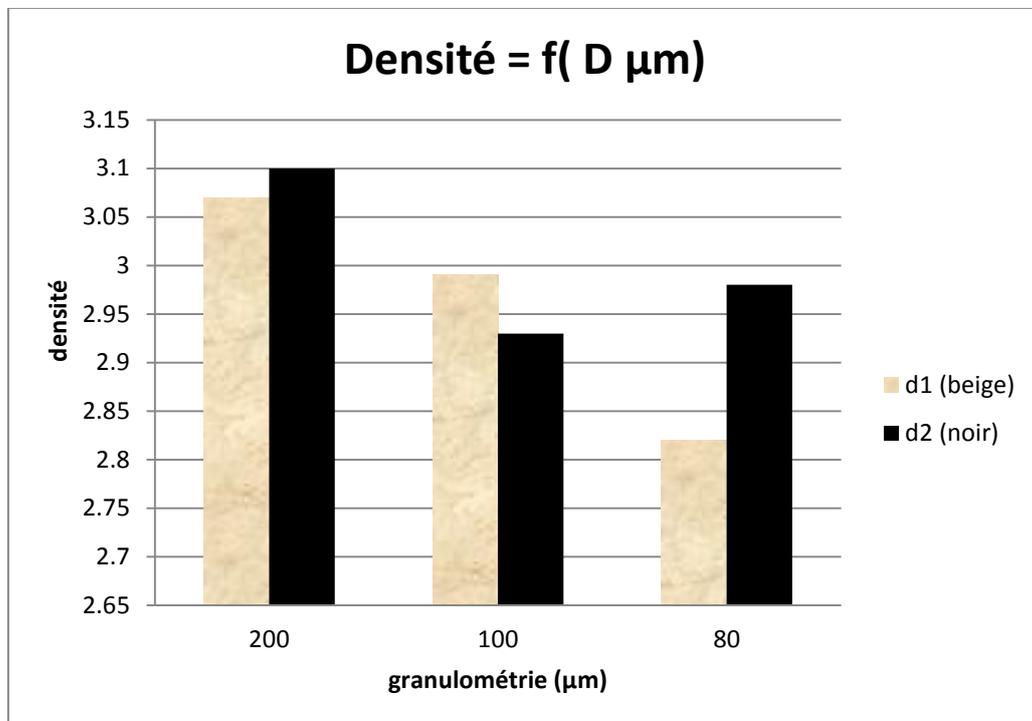


Figure VI-12 : La densité du concentré de flottation après calcination.

VI.5.1- Interprétation :

- les échantillons beige et noir montrent deux graphes presque semblables, ils présentent une relation proportionnelle entre la perte du poids et la granulométrie du concentré de flottation. Tel que la perte maximale a été enregistré dans les échantillons de granulométrie 200 μ m pour les deux qualités beige et noir.
- La densité du concentré obtenue après calcination a vu une augmentation pour les trois classes granulométriques en comparant avec les valeurs initiales.
- L'histogramme présente une relation proportionnelle entre la densité et la granulométrie pour l'échantillon beige, alors que ce n'est pas le cas pour l'échantillon noir.
- Les meilleurs résultats obtenus en termes de densité sont 3.07 et 3.1 pour les échantillons beige et noir respectivement, ces valeurs sont très importantes et montrent une teneur élevée en TPL.

Donc, la calcination du concentré nous a permis d'améliorer la densité des échantillons calcinés (la teneur en TPL), donc c'est un bon complément de traitement des concentrés obtenus après flottation.

VI.6- Comparaison entre la calcination du tout-venant et la calcination du produit de flottation :

La comparaison se fait sur des échantillons dont les granulométries sont 200 μ m, 100 μ m, 80 μ m (car ce sont les échantillons traités par flottation). Cette comparaison sera effectuée sur la base des densités obtenues après calcination du tout-venant et du concentré de flottation.

Les valeurs de densités obtenues sont représentées dans le tableau suivant :

	granulométrie (μ m)	200	100	80
Tout-venant avant calcination	d0 (TV-B)	2.63	2.61	2.55
	d0 (TV-N)	2.72	2.69	2.7
Tout-venant après calcination	d1 (TV-B)	2.8	2.8	2.85
	d1 (TV-N)	2.85	2.84	2.9
Tout-venant après (flottation + calcination)	d2 (TV-B)	3.07	2.99	2.82
	d2 (TV-N)	3.1	2.93	2.98

Tableau 6-5 : Résultats de densité dans les deux cas de traitement.

VI.6.1- Interprétation :

- Les résultats obtenus concernant la densité présente des valeurs nettement améliorées par rapport aux densités initiales pour les deux cas de traitement.
- La calcination de produit obtenu après flottation montre les meilleurs résultats en termes de densité par rapport à la calcination de tout-venant, cela est exprimé dans le cas des deux échantillons (beige et noir) pour toutes les classes granulométriques testées, à l'exception de la granulométrie 80 μ m de l'échantillon beige qui a enregistré une valeur de densité un peu plus grande dans le cas de traitement du tout-venant par calcination seulement.
- D'après les résultats obtenus on peut affirmer que la méthode de traitement favorable pour les échantillons de granulométrie 200 μ m, 100 μ m, 80 μ m, est la flottation + calcination.

VI.7- Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons effectué des essais de calcination sur le minerai brut de phosphate de Djebel-Onk et sur le concentré de flottation, afin d'optimiser l'opération de calcination pour enrichir le minerai en TPL, donc à la base des résultats obtenus, on peut conclure que :

- ✓ La calcination sera optimale sous une température de 900°C.
- ✓ Le temps optimal de calcination est de 40 minutes dans le cas des échantillons beiges et 50 minutes pour les échantillons noirs.
- ✓ La classe granulométrique favorable pour la calcination est de 630 μ m pour la qualité de phosphate beige, et 500 μ m pour la qualité noire.
- ✓ Les valeurs de densités enregistrées sous les conditions optimales de calcination sont : 3.09 et 3.12 pour les qualités beige et noire respectivement. Ces valeurs sont très proches de l'intervalle de densité d'apatite pure, ce qui signifie qu'on est arrivé à des teneurs très importantes, mais qui restent à confirmer par des analyses chimiques.
- ✓ La calcination du concentré de flottation est favorable pour les classes granulométriques fines ($\leq 200\mu$ m), tandis que la calcination du tout-venant seulement donne des meilleurs résultats pour les autres fractions granulométriques (au-delà de 200 μ m) car la flottation n'est pas efficace dans le cas des grosses granulométries.
- ✓ L'opération de calcination nous a permis d'améliorer la teneur en TPL des échantillons calcinés de sorte à obtenir des concentrés dont la teneur est suffisante pour produire des engrais phosphatés de type superphosphate triples (TSP). Néanmoins, tout cela reste à vérifier par des analyses chimiques.

Conclusion Générale :

Les études expérimentales effectuées sur les phosphates provenant du complexe de Djebel-Onk nous ont permis de sortir avec les points suivants :

- Le toutvenant de phosphate de Djebel-Onk se divise en deux qualités beige et noire dont l'une est un peu plus dense que l'autre (2.6 pour le beige et 2.7 pour le noir)
- L'enrichissement par flottation a permis de récupérer des concentrés riches avec des densités de 2.98 pour l'échantillon beige et 3.01 pour le noir.
- La calcination du phosphate est très efficace en termes d'amélioration de densité (teneur en TPL). Les produits obtenus après calcination ont des densités très importantes, là où on a arrivé à 3.09 et 3.12 pour les échantillons beige et noir respectivement, cela signifie que les teneurs enregistrés sont considérables et permettent de fabriquer des triples-superphosphates (TSP).
- Le traitement par flottation+calcination est favorable pour les fractions granulométrique fines ($\leq 200\mu m$) , il a permis d'obtenir un concentré de densité de 3.07

A la fin, on peut dire que cette étude effectuée concernant la calcination du phosphate de Djebel-Onk a donnée des résultats très acceptables, tel qu'on a pu avoir des concentrés dont la teneur est permet de produire des superphosphates (SSP et TSP), ces concentrés restent l'objet d'un analyse chimique qui permet de prouver les teneurs en TPL obtenus après calcination.

ANNEXE N=°1 : Calcul de la masse volumique

La masse volumique d'un matériau correspond à la masse contenue dans un volume égal à l'unité. La connaissance de ce paramètre, permet de relier le volume d'un matériau à sa masse, ce qui est important, car souvent des matériaux sont vendus à la tonne, mais doivent être mis en place pour occuper un certain volume (gestion des stocks).

La masse volumique d'un matériau dépend de facteurs, tels que son degré de compaction et sa teneur en eau.

1. Généralement et lorsque la masse volumique doit être utilisée pour le calcul des mélanges de béton ; par exemple, on doit d'abord sécher l'échantillon jusqu'à masse constante, dans une étuve maintenue à $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$;
2. Mais si on ne vise que l'évaluation de la masse d'un volume d'une réserve de minerai (comme notre cas), on procède à partir de l'état naturel.

Appareils utilisés :

- Balance ;
- Pelle ;
- Deux récipients A et B, le premier est muni de trop plein, le deuxième peut être un bécher ;
- Une éprouvette graduée.

Mode opératoire :

1. Mettre dans une éprouvette graduée un volume V_1 d'eau ;
2. Peser une masse M du minerai, et l'introduire dans l'éprouvette. Bien éliminer les bulles d'air ;
3. Lire le nouveau volume V_2 ; Le volume absolu est : $V = V_2 - V_1$. Et la masse volumique absolue est :

$$\rho = \frac{M}{V_2 - V_1}$$

M : la masse du minerai,

V_1 : volume initial de l'eau dans l'éprouvette,

V_2 : volume de l'eau après versement de minerai dans l'éprouvette,

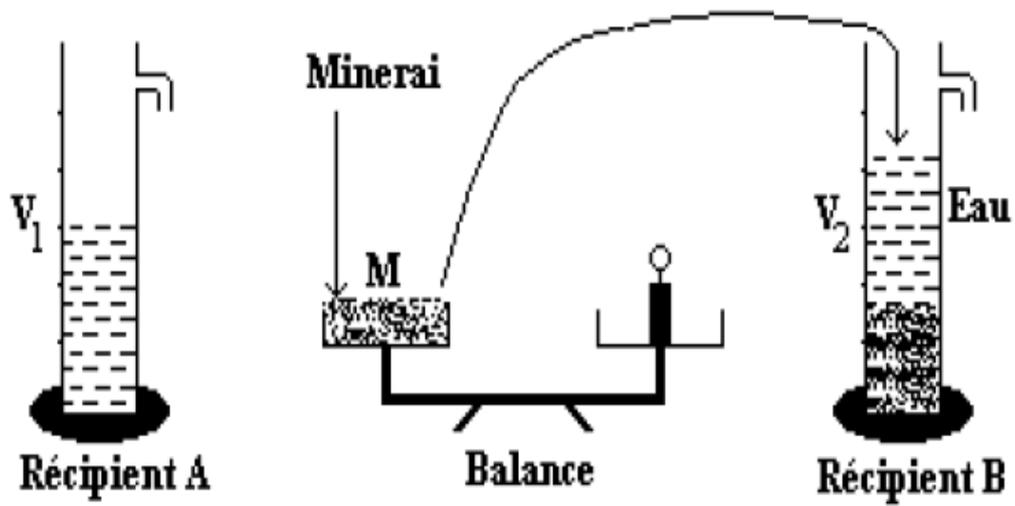


Schéma du mode opératoire pour le calcul de la masse volumique

ANNEXE N=°2 : Calcul du taux d'humidité

Les matériaux naturels contiennent presque de l'eau. Connaître la quantité d'eau ainsi emprisonnée est très important. C'est la teneur en eau d'un matériau, exprimée par le rapport de la perte de masse lors de son séchage à l'étuve, par la valeur par la masse sèche de ce matériau.

L'humidité des minerais se calcule par la relation suivante :

$$T = \frac{M0 - M1}{M0} * 100\%$$

M0 : Poids avant le séchage.

M1 : Poids après le séchage.

1. Appareils utilisés :

- Balance ;
- Etuve ;
- Récipients métalliques ;
- Agitateurs pour remuer la prise d'essai durant la période de séchage.

2. Mode opératoire :

- Peser l'échantillon à 0.1 % près ;
- Sécher à fond l'échantillon dans son récipient dans l'étuve en remuant jusqu'à masse constante, en prenant bien soin d'éviter la perte de la moindre particule ;
- Peser la prise d'essai séchée à 0.1 près, aussitôt qu'elle est suffisamment refroidie afin de ne pas endommager la balance.

BIBLIOGRAPHIE:

- (1) **Marschner, H.1993.** Mineral nutrition of higher plants. London, Academic Press Ltd, Harcourt Brace & Co Publishers.
- (2) **Black C.A, 1968.** Soil-plant relationships. New York. USA. John Wiley & Sons
- (3) **BOKERMA Hamza** « synthèse et caractérisation structurale de phosphates métallique à charpente organique » thèse de magister en cristallographie 2011 ; pg7
- (4) **R. DUMON** « Le phosphore et les composés phosphorés (propriétés-utilisations) ». Edition Masson, 1980, France.
- (5) **MICHAEL SCHORR, ISRAEL J. LIN,** Wet Process Phosphoric Acid Production Problems and Solutions, Industrial minerals, 1997, N°355, pp. 61-71
- (6) **CHANG, S.C & JACKSON, M.L, 1957.** Fractionation of soil phosphorus. Soil Sei, 84: 133-144.
- (7) **WILLIAMS, J.D.H., SVERS, J.K., ARMSTRONG, E. & HARRIS, R.F., 1971** haracterisation of inorganic phosphate in noncalcareous lake sediments. Soil Sei. Soc. Amer. Proc., 35: 556-561.
- (8) **Engelstade, O.P & Hellums, D.T, 1993:** water solubility of phosphate fertilizers, agronomic aspects-literature review, IFDC paper series p-17, Muscle Shoals USA. IFDC.
- (9) **United Nations Industrial Development Organization (UNIDO) & IFDC 1998.** Fertilizer manual, Dordrecht, the Netherlands, Kluwer Academic Publishers 615 pp.
- (10) **Hammond, L.L & Day, D.P, 1992:** phosphate rock standardization and product quality, pg 73-89, Kuala Lumpur, Malaysian Society of Soil Science.
- (11) **M, LHOUSSAINE 2000.** Transfert de technologie en agriculture. Engrais minéraux Caractéristiques et Utilisations.
- (12) **Gremillion, L.R et McClellan, G.H ; 1975 :** importance of chemical and mineralogical data in evaluating apatitic phosphate ores, society of mining engineer of AIME. Transaction, vol.270
- (13) **Van Kauwenbergh, S.J & Hellums, D.T; 1995):** direct application phosphate rock, a contemporary snapshot, phos. Pot 200, 27-37.
- (14) **USGS-2013 :** United States Geological Survey (statistiques de la production mondiale de phosphate en 2011 et 2012.

- (15) **Cielensky S, Benchernine N, Watkowski T (1988):** Travaux de prospection et d'évaluation des phosphates dans la région de Bir El Ater. Rapport interne, EREM, 80p.
- (16) **Chabou-Mostefaï. S., 1987.** Etude de la série phosphatée tertiaire du Djebel el Onk, Algérie, Stratigraphie, Pétrographie, Minéralogie et Analyse Statistique, Thèse Doct, Univ. Droit, d'Economie et des Sciences d'AIX-MARSEILLE.
- (17) **Rapport d'exploitation** de phosphate de Djebel-Onk (kef-essenoun), SOMIPHOS. Groupe FERPHOS
- (18) **Rapport de traitement** de phosphate de Djebel-Onk (kef-essenoun), SOMIPHOS. Groupe FERPHOS
- (19) **DASSAMIOUR, M . 2012 :** Eléments en traces et valorisation des minerais de phosphate du gisement de Kef-Essenoun - Dj. Onk (Algérie Orientale)- thèse de doctorat-pg139.
- (20) **M.OULDHAMOU** « cours de Minéralurgie » - 4^{ème} année , Ecole Nationale Polytechnique.
- (21) **SAADA. A(1993) :** Préconcentration physique du minerai complexe de Pb-Zn de Chaabet El Hamra (mémoire de magister) E.N.P .
- (22) **A. Dey** « Etude de séparation gravimétrique de plomb-zinc, application au gisement d'oued Amizour, W.BEJAIA » (PFE, 1995) E.N.P Alger.
- (23) **Document interne de l'ORGM** « préparation mécanique des solides et concentration gravimétrique ».
- (24) **BLAZY (P).** La valorisation des Minerais.Presses Universitaires de France 1970, 416.
- (25) **BENABDERRAHMANE ; Djamel** «valorisation du minerai polymétallique (plomb-zinc) du gisement d'El-Abed » (P.F.E,2010) ENP Alger.
- (26) **René Huppé** « évaluation, optimisation et comparaison des cellules et des colonnes de flottation afin de retirer des contaminants organiques de sédiments portuaires » (M.M.Sc,2001), Université du Québec INRS –géoressources, Canada.
- (27) **BOURBALA, B &. MOUSSAOUI, E. 2013 :** Essais de Valorisation de la Barytine du Gisement de Bou-Caïd par la Flottation ; thèse de PFE –pg 26-27
- (28) **K.Souhila :** « décomposition des matières organiques et stabilisation des métaux lourds dans les sédiments de dragage », Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. Thèse-2005