REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département : Génie Minier

Laboratoire : Génie Minier



Laboratoire Génie Minier

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

Etude géochimique et valorisation des rejets miniers préalablement désulfurés par un traitement physico-chimique et biologique : Cas des mines de Boucaid et de Sidi Kamber

Islem MOKRANE

Sous la direction de Melle Amira MERCHICHI et Mme Safia ZOUBIRI Présentée et soutenue publiquement le (15/07/2021) Composition du Jury :

Président	M.M. OULD HAMOU	Prof	ENP
Examinateur	M.M. ISSAAD	MCB	USTHB
Promoteur	Melle. A. MERCHICHI	MAA	ENP
Co-Promoteur	Mme.S. ZOUBIRI	Dr	ASG
E	ENP 2021		

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département : Génie Minier

Laboratoire : Génie Minier



Laboratoire Génie Minier

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

Etude géochimique et valorisation des rejets miniers préalablement désulfurés par un traitement physico-chimique et biologique : Cas des mines de Boucaid et de Sidi Kamber

Islem MOKRANE

Sous la direction de Melle Amira MERCHICHI et Mme Safia ZOUBIRI Présentée et soutenue publiquement le (15/07/2021) Composition du Jury :

Président	M.M. OULD HAMOU	Prof	ENP
Examinateur	M.M. ISSAAD	MCB	USTHB
Promoteur	Melle. A. MERCHICHI	MAA	ENP
Co-Promoteur	Mme.S. ZOUBIRI	Dr	ASG
E	ENP 2021		

ملخص

يعرض هذا العمل نتائج دراسة تم إجراؤها على تقييم السلوك الجيوكيميائي وتقييم نفايات المناجم من موقع بوكيد (و. تيسمسيلت) وسيدي كامبر (و. سكيكدة). تظهر هذه المخلفات عدم استقرار كيميائي معين وهو المصدر المحتمل لتلوث البيئة المحيطة بسبب تنقل العناصر المعدنية. تم تأكيد هذه النتيجة من خلال التحليلات الكيميائية والمعدنية للاختبارات الحركية في خلايا التجوية المصغرة وفي الخلايا الرطبة. من أجل تقليل هذه المشكلة البيئية، أجرينا اختبارات إزالة الكبريت باستخدام ثلاث طرق (التعويم، والفصل بالجاذبية ، و واحتضان في وسط بكتيري) وكذلك المعالجة (تحضير الخرسانة). أظهرت نتائج اختبارات التنبؤ الطبيعة المحايدة أو الحمضية للتصريفات المختلفة، في حين أن النتائج التي تم الحسول . عليها بتقنيات إزالة الكبريت موثوقة ومرضية، وهذا ليس هو الحال بالنسبة لاختبارات الاسترداد

الكلمات المفتاحية: الجيوكيمياء، نفايات التعدين، إز الة الكبريت،البيئة،الاستعادة، واحتضان في وسط بكتيري

Abstract

This workpresents the results of a studycarried out on the evaluation of the geochemicalbehavior and the valuation of mine wastesfrom the Boucaid (W. Tisemsilt) and Sidi Kamber (W. Skikda) sites. These residues exhibit a certain chemical instability which is the probable source of pollution of the surroundingenvironment due to the mobility of metallicelements. This findingisconfirmed by the chemical and mineralogicalanalyzes of the kinetic tests in mini weatheringcells and in wetcells. In order to reducethisenvironmentalproblem, wecarried out desulphurization tests usingthreemethods (flotation, gravimetricseparation and bioleaching) as well as recovery (concretepreparation). The results of the prediction tests demonstrated the neutral or acidogenic nature of the various residues, while the results obtained by the desulphurization techniques are reliable and satisfactory, which is not the case for the valorization tests.

Keywords: Geochemistry, miningwastes, desulphurization, environment, recovery, bioleaching

Résumé

Ce travail présente les résultats d'une étude menée sur l'évaluation du comportement géochimique et la valorisation des rejets miniers des sites de Boucaid (W. Tissemsilt) et de Sidi Kamber (W. Skikda). Ces résidus présentent une certaine instabilité chimique qui est la source probable de la pollution du milieu environnant suite à la mobilité d'éléments métalliques. Ce constat est confirmé par les analyses chimiques et minéralogiques des essais cinétiques en mini cellules d'altération et en cellules humides. Afin de réduire ce problème environnemental, nous avons effectué des essais de désulfuration par trois méthodes (flottation, séparation gravimétrique et biolixiviation) ainsi qu'une valorisation (confection bétons). Les résultats des essais de prédiction ont mis en évidence le caractère neutre ou acidogène des différents rejets, alors que les résultats obtenus par les techniques de désulfuration sont fiables et satisfaisants, ce qui n'est pas le cas pour les essais de valorisation.

Mots clés : Géochimie, rejets miniers, désulfuration, environnement, valorisation, biolixiviation

Remerciements

Je remercie en premier lieu **Dieu** qui m'a donné la chance d'être là où je suis aujourd'hui.

Je tiens à préciser avant tout que ce travail n'aurait jamais vu le jour, ne serait ja mais aussi riche sans le soutien et suivi de la merveilleuse promotrice

Mme Amira merchichi, qui était présente dans chaque ficelle de cette étude et qui ne nous a jamais laissé dans le besoin, elle est pour moi une idole de

Succès et source de motivation.

Mes remerciements au **Professeur Malek Ould Hamou** qui a fait du laboratoire un endroit magique ou les étudiants ne manquent de rien pour mener à bien leurs expérimentations.

J'exprime ma totale reconnaissance à ma Co-promotrice Mme **SafiaZoubiri** pour sa précieuse aide pour la réalisation des analyses, Mr **Bilal Bourzam** et **Mme Zineb Belkhir** pour leur aimable soutien et supervision des analyses chimiques effectuées au laboratoire (Universal Lab), ainsi qu'à **Ahmed**, technicien au laboratoire de génie civil qui m'a aidé énormément lors des essais de confection des éprouvettes de béton, à toute l'équipe du **CRAPC**.

Je remercie **Mr Mouloud Issaad** pour l'honneur qu'il m'accorde en examinant mon mémoire.

Je remercie mes professeurs qui ont su faire de ma formation un succès.

Dédicace,

A *ma personne* qui n'a jamais abandonné, qui a su se relever peu importe la chute et qui n'a jamais renoncer à un défi.

A mes très chers **Parents** qui ont cru en moi, qui ont tant sacrifié pour que je ne ressente jamais la sensation du besoin.

A mes très chers Sœurs.

A mes grands-pères, que j'espère sont fiers de moi là où ils sont.

A mes grands-mères pour leurs prières.

A Toute ma précieuse famille.

Table des Matières	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	
Introduction	20
Chapitre 1 : Problématique environnementale de l'industrie minière	23
1. Introduction	24
2. Impacts environnementaux	24
2.1. Impact sur la qualité de l'air	24
2.1.1. Exemples	24
2.2. Impact sur la faune et la flore	25
2.3. Impact sur les sols et eaux de surface	25
2.4. Impact sur la stabilité physico-chimique	26
2.4.1. La stabilité physique	26
2.4.2. La stabilité chimique	26
2.5. Drainage neutre contaminé (DNC)	26
2.5.1. Sources du DNC	27
2.6. Drainage minier acide (DMA)	27
2.6.1. Oxydation des minéraux sulfurés (formation du DMA)	28
2.7. Autres impacts	31
2.7.1. Métaux toxiques	31
3. Gestion des rejets miniers	34
3.1. Gestion des rejets liquides	34
3.2. Gestion des rejets de concentrateur	35
3.3. Gestion des boues de traitement	35
3.4. Gestion de rejets solides	35
4.Valorisation des rejets miniers	35
4.1. Utilisation des rejets miniers comme matériaux de construction	37
5. Méthodes de restauration	40
5.1. Barrières de recouvrements	40
5.1.1 Barrières à l'oxygène	40

5.1.2. Barrières à l'infiltration d'eau	41
5.2. Facteurs influençant la performance d'un recouvrement isolant	41
5.3. Exemples de restauration de sites abandonnés québécois	42
6. Traitement du drainage minier acide DMA	42
6.1. Traitement Abiotique	43
6.1.1. Systèmes actifs	43
6.1.2. Systèmes Passifs	43
6.2. Exemples de traitement passif du DMA	45
7. Désulfuration environnementale	46
7.1. Généralités sur la flottation	47
7.1.1. Réactifs de flottation	47
7.2. Séparation Gravimétrique	47
7.3. Désulfuration par l'action bactérienne	51
7.4. Exemples d'études de désulfuration environnementale	53
8. Comportement géochimique des rejets miniers	53
8.1. Tests statiques	53
8.1.1. Tests statiques chimiques	54
8.1.2. Tests statiques minéralogiques	55
8.1.3. Interprétation des résultats tests statiques	55
8.2. Essais cinétiques	56
8.2.1. Essais cinétiques en cellules humides	56
8.2.2. Essais en mini cellules d'altération	57
8.2.3. Essais cinétiques en colonnes	58
8.2.4. Essais en cellules de terrain	59
8.3. Exemples d'études géochimiques réalisées	60

Chapitre 2 : Matériels et procédés analytiques	63
1. Introduction	64
2. Présentation des sites d'études	64
2.1. Description du site (mine de Boucaid)	64
2.1.1. Historique	64
2.1.2. Localisation géographique	64
2.1.3. Géologie et morphologie des gisements	64
2.1.4. Minéralisation	65
2.1.5 Traitement du minerai de Boucaid	65
2.2. Description du site (mine de Sidi Kamber)	68
2.2.1. Historique	68
2.2.2. Situation géographique et climat	68
2.2.3. Minéralisation	68
2.2.4. Traitement	68
3. Prélèvements des échantillons	69
3.1. Site de Boucaid	69
3.2. Site de Sidi Kamber	72
4. Préparation des échantillons	74
4.1. Echantillonnage	74
4.1.1. Le quartage	74
4.2. Préparation mécanique	74
4.2.2. Broyage	75
5. Caractérisation des échantillons	76
5.1 Caractérisation physico-chimique	76
5.1.1. Densité apparente (NF P 18-554)	76
5.1.2. Densité Absolue (ρ réelle) [norme : NFP 94-054]	77
5.1.3. La porosité [norme : NF P94-410-3]	77
5.1.4. Le Potentiel Hydrogène (pH) [norme : ISO 10390 :2005]	77

	=0
5.1.5. Determination de la teneur en eau [norme : NFEN 1097-5]	78
5.1.6. Analyse granulométrique [norme : NF-P 18-560]	78

6. Caractérisation chimique	80
6.1. Spectrométrie de fluorescence « FRX »	80
6.2. Spectroscopie d'absorption atomique « SAA »	81
6.2.1. Mode opératoire	82
6.3. Photomètre a Flamme	83
6.3.1. Principe	83
7. Caractérisation minéralogique	85
7.1. Diffraction aux rayons X (DRX)	85
7.2. Microscope électronique à balayage « MEB »	86
7.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier « FTIR »	86
8. Essais de désulfuration	88
8.1. Flottation	88
8.1.1. Résumé du protocole	88
8.1.2. Cas d'échantillons de Boucaid	89
8.1.3. Cas d'échantillons de Sidi Kamber	89
8.2. Séparation Gravimétrique	90
8.3. Biolixiviation	91
8.3.1. Isolement des bactéries	91
8.3.1.1. La préparation du milieu de culture 9K	91
8.3.1.2. Lancement des essais	92
8.4. Etude du comportement géochimique des rejets	94
8.4.1. Essais statiques	94
8.4.1.1. Pouvoir neutralisant « PN »	94
8.4.1.2. Potentiel acidogène « PA »	95
8.4.2. Essais cinétiques	96
8.4.2.1. Mini cellules d'altération « Méthode de Cruz et al. (2001) »	97
8.4.2.2. Essais en cellules humides « norme ASTM D 5744-96, 1998 ; 2007 »	99
9. Valorisation des rejets	101
9.1. Confection du Béton [Norme NF EN 206-1]	101

Chapitre 3 : Résultats et Discussion	104
1. Introduction	105
2. Caractérisation physico-chimique	105
2.1. Densité apparente (ρ apparente)	105
2.2. Densité absolue (ρ réelle)	105
2.3. Porosité (Pt%)	106
2.4. Potentiel d'hydrogène (pH)	106
2.5. Teneur en eau	106
2.6. Analyse granulométrique	107

3. Prédiction des rejets miniers	110
3.1. Essais statiques	110
3.2. Résultats de la caractérisation chimique	111
3.2.1. La spectroscopie par fluorescence X	111
3.2.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	112
3.3. Caractérisation minéralogique (Diffraction aux rayons X)	113
3.4. Microscopie électronique à balayage « MEB »	116
3.5. Essais cinétiques	118
3.5.1. Mini cellule d'altération	118
3.5.2. Paramètres électrochimiques	118
3.5.3. Analyses chimiques des lixiviats	120

4. Résultats de la désulfuration	123
4.1. La flottation	123
4.1.1. Cas de B.Ba et B.Zn	123
4.1.2. Cas de SKG et SKF	124
4.1.3. Mini Cellule d'altération après désulfuration par flottation	124
4.1.3.1. Paramètres électrochimiques	124
4.1.3.2. Analyses chimiques des lixiviats des MCA après flottation	126
4.1.4. Cellule Humide après désulfuration par flottation	128
4.1.4.1. Paramètres électrochimiques	128

4.1.4.2. Analyses chimique des lixiviats des CH après flottation	129
4.2. Exemple de l'efficacité de la désulfuration	130
4.3. Séparation gravimétrique	131
4.3.1. Résultats	132
4.3.1.1. Mini Cellule d'altération	132
4.3.1.1.1. Paramètres électrochimiques	132
4.3.1.1.2. Analyses chimique des lixiviats des MCA après Séparation	
gravimétrique	135
4.3.1.2. Cellules Humides	137
4.3.1.2.2. Paramètres électrochimiques	137
4.3.1.2.3. Analyses chimique des lixiviats des CH après Séparation	
gravimétrique	138
4.4. Exemple d'efficacité de la désulfuration par SG	139
4.5. Désulfuration Bactérienne	140
4.5.1. Isolement bactérien	140
4.5.1.1. Interprétation des résultats	141
4.5.2. Désulfuration par le biais des bactéries	143
4.5.2.1. Analyse par FTIR du rejet SKF	145
4.5.2.1.1. Résultats	145
4.5.3. Essais statique (PN, PA)	146
4.6. Exemple de l'efficacité de la désulfuration bactérienne	147
4.6.1. Microscopie électronique à balayage « MEB »	147
5. Valorisation (confection béton)	149
5.1. Béton normal	149
5.2. Béton lourd	149

Conclusion générale	151
Références bibliographiques	153

Liste des tableaux

Tableau 1 : Impacts de projets miniers sur la qualité de l'air
Tableau 2 : Présentation des résultats de l'émission du bruit à l'unité de boucaidTissemsilt pour l'année 2020
Tableau 5 : Principales méthodes de prévention de génération de drainage minier acide (Aubertin et al., 2002)40
Tableau 6 : Les deux principaux facteurs influencent le recouvrement isolant41
Tableau 7 : Exemples de sites minier restaurés42
Tableau 8 : Traitement passif du drainage minier acide (Gazea et al, 1995 ; Halberg etJohnson, 2005, Belamri et Khalfi, 2020)44
Tableau 9 : Les principaux collecteurs utiliser pour la désulfuration 47
Tableau 10 : Exemple de techniques de désulfuration utilisés
Tableau 11 : Exemples d'études géochimiques à travers différents auteurs60
Tableau 12 : Coordonnées géographiques des points d'échantillonnages
Tableau 13 : Coordonnées géographiques des points d'échantillonnages
Tableau 14 : Concentrations de solutions préparés
Tableau 15 : Réactifs utilisés pour la flottation des rejets de Boucaid
Tableau 16 : Les différentes concentrations de réactifs utilisés pour les 5 essais de chaque
échantillon
Tableau 18 : Les différentes concentrations de réactifs utilisés pour les 5 essais dechaque échantillon90
Tableau 19 : Réactifs et leurs concentrations utilisé dans la préparation du milieu 9K91
Tableau 20 : Quantité de Hcl à ajouter selon l'intensité du pétillement de la réaction deFIZZ94
Tableau 21 : Nombre d'essais en mini cellules d'altération
Tableau 22 : Nombre d'essais en mini cellules humides101

 Tableau 23 : résultats de mesure de la densité apparente des rejets de Boucaid (Barytine et zincifère) et des rejets de Sidi Kamber (séparation gravimétrique et flottation).....105

Tableau 24 : résultats de mesure de la densité absolue des rejets de Boucaid (Barytine et zincifère) et des rejets de Sidi Kamber (séparation gravimétrique et flottation)......105 Tableau 25 : Valeurs de la porosité totale106 Tableau 26 : Valeurs du pH106

 Tableau 27: Valeurs de la teneur en eau.....106

 Tableau 28 : Résultat de l'analyse granulométrique de l'échantillon B.Ba.....107

 Tableau 29 : Résultat de l'analyse granulométrique de l'échantillon B.Zn.....107

 Tableau 30 : Résultat de l'analyse granulométrique de l'échantillon SKG......108

 Tableau 31 : Résultat de l'analyse granulométrique de l'échantillon SKF......108

 Tableau 32 : Coefficient de courbure et d'uniformité des échantillons

 109

 Tableau 33 : résultats des essais statiques
 110

 Tableau 34 : Interprétation des essais statiques.....111

 Tableau 35 : Pourcentages des éléments métalliques présents......111

 Tableau 36 : Composition minéralogique du rejet B.Ba

 Tableau 38 : Composition minéralogique du rejet SKG

 Tableau 39 : Composition minéralogique du rejet SKF

 Tableau 40 : Paramètres et résultats de flottation des rejets B.Ba et B.Zn123 Tableau 41 : Paramètres et résultats de flottation des rejets SKG et SKF124 Tableau 42: Variation pourcentages en soufre dans les rejets B.Ba et SKF avant et
 Tableau 43 : Résultats après séparation gravimétrique131

 Tableau 44 : Variation de la quantité de soufre avant et après désulfuration par SG...139

 Tableau 45: Variation des paramètres physico-chimique par rapport au temps d'isolement......140

 Tableau 46 : Evolution des paramètres de biolixiviation
 142

 Tableau 47 : résultats des essais statiques146

 Tableau 48 : Résultats de la résistance à la compression du béton normale......149

Liste des figures

Figure 1 : Mise en place et Génération du DMA28
Figure 2 : Etapes de formations du DMA (d'après Aubertin et al ,2002)29
Figure 3 : Drainage minier Acide (Site minier situé dans le parc national du Xianju
(Chine), INERIS et le BRGM)30
Figure 4 : Effluents acides observés au site minier de Rio Tinto (Espagne) (planet.fr).30
Figure 5 : Influence des minéraux neutralisants sur le pH durant la génération d'acide
(Aubertin et al,2002)
Figure 6 : Bulletin d'analyse des rejets liquides a Boucaid,2016
Figure 7 : Entreposage des rejets miniers (Unité BOUCAID, Tissemsilt Algérie, 2021)34
Figure 8 : Schéma de constitution d'un remblai minier en pate cimenté
Figure 9 : Dosage du béton de fondation
Figure 10 : Evolution de la résistance du béton en fonction du nombre de jours de séchage
Figure 11 : classes des résistances a la compression du béton
Figure 12 : Comportement général du système recouvrement isolant des résidus miniers
Figure 13 : Technique de traitement de DMA (D. Barrie Johnson et Kevin B. Hallberg,2005)
Figure 14 : Vue en coupe d'un marais surfacique à flux horizontal a) à plantes flottantes et b) plantes enracinées (Société québécoise de phytotechnologie, 201345
Figure 15 : Etapes de construction d'un BPSR : a. différents composants du mélange, b. vue de l'ensemble du système de traitement de DMA (Lounate, 2019)46
Figure 16 : Schéma illustrant le principe de base de la désulfuration environnementale d'un rejet de concentrateur (Benzaazoua, 2018)
Figure 17 : Schéma de fonctionnement d'une cellule de flottation48
Figure 18 : Schéma du séparateur de Knelson (adapté de Fatahi and Farzanegan (2018))
Figure 19 : Schéma de la table de Mozley pour concentrer les sulfures denses50
Figure 20 : Schéma de la table à secousses50
Figure 21 : Schémas illustrant les deux critères de classification des rejets miniers en matière de génération d'acide, A) PNN= PN-PA, B) NPR = PN/PA, (Mermillod-Blondin,2005)

Figure 22 : Photo des mini-cellules d'altération (Ethier ,2011)
Figure 23 : Schéma du montage de l'essai en mini-cellule d'altération (Amar,2020)57
Figure 24 : Coupe verticale d'une colonne
Figure 25: Essais en colonnes (Ethier ,2011)58
Figure 26 : Avantages et inconvénients des essais cinétiques (Bouzahzah, 2013)59
Figure 27: Situation géographique de l'Ouarsenis dans le Tell algérien, ZEGHARI (2013)
Figure 28 : Schéma descriptif du processus de traitement du minerai de baryte (Ba) (Plan de traitement mine de boucaid ,2021)67
Figure 29 : Localisation géographique de la mine de Sidi Kamber68
Figure 30: Projection points d'échantillonnage (Site de Boucaid)69
Figure 31 : lieux d'entreposage des rejets barytine puis zincifère anciens respectivement
Figure 32 : localisation géographique des deux sites sur une même carte71
Figure 33 : Projection points d'échantillonnages (Site de Sidi Kamber)72
Figure 34 : Plan de travail suivis pour la partie expérimentale73
Figure 35 : Schéma de l'opération de quartage74
Figure 36 : Concasseur a mâchoire75
Figure 37 : Concasseur giratoire75
Figure 38 : Broyeur à boulets de type KA660T7104 (SEW USOCOME)76
Figure 39: Broyeur à boulets céramique M & O76
Figure 40-41 : Détermination de la densité ρ apparente76
Figures 42-43 : Détermination de la densité absolue77
Figure 44 : Mesure du pH78
Figure 45 : Tamiseuse de type Retsch80
Figure 46 : Représentation schématique de la fluorescence X
Figure 47 : XRF (en cours d'analyse)80
Figure 48 : Gamme de détection de la XRF Comparés aux autres méthodes81
Figure 49 : SAA contrAA 800 (en marche)82
Figure 50 : Courbe d'étalonnage du cadmium83

Figure 51 : Schéma du photomètre a flamme84
Figure 52 : Photomètre a flamme PFP 7
Figure 53 : Schéma de principe de la diffraction aux rayons X
Figure 54 : Schéma explicatif du fonctionnement du MEB86
Figure 55 : Schéma des différentes vibrations sous radiation IR
Figure 56 : Appareil Cary 630 FTIR87
Figure 57 : Flottation principale des rejets zincifères de Sidi Kamber90
Figure 58 : séparation gravimétrique par table à secousses
Figure 59 : Incubation pour l'isolement de bactéries92
Figure 60 : Mesure Du potentiel redox93
Figure 61 : Mesures du pH et Oxygène93
Figure 62 :Mesure de la densité optique par un spectrophotomètre de type DR2800.93
Figure 63 : Centrifugeuse (Type Sigma)
Figure 64 : Milieu 9K 93
Figure 65 : Titrage pour un pH de 8.395
Figure 66 : Titrage avec du NaOH95
Figure 67 : Ajustement du pH entre 2 et 2.596
Figure 68 : Préparation des solutions96
Figure 69 : Mesure de la conductivité des lixiviats par un conductimètre de type OHAUS ST 20 C-A
Figure 70 : Préparation du dispositif des Mini cellules d'altération
Figure 71 : Les essais en mini cellules d'altération98
Figure 72 : Préparation d'échantillon pour MCA (pesée de 67gr)98
Figure 73 : Dispositif d'essais en cellules humide pendant le cycle humide100
Figure 74 : Mesure d'humidité100
Figure 75: Les ingrédients après pesée pour une confection de béton
Figures 76-77 : Remplissage et démantèlement de l'éprouvette102
Figure 78 : Malaxage des ingrédients102
Figure 79 : Immersion après démantèlement102

Figure 80 : Mesure de la résistance à la compression
Figure 81 : Mesure de la résistance à la compression103
Figure 82: Distribution granulométrique des rejets109
Figure 83 : Projection du PA et PN de tous les échantillons110
Figure 84 : Spectre IR de l'échantillon SKG112
Figure 85 : Spectre IR de l'échantillon SKF113
Figure 86 : Spectres DRX pour B.Ba113
Figure 87 : Spectres DRX pour B.Zn114
Figure 88 : Spectres DRX pour SKG115
Figure 89 : Spectres DRX pour SKF115
Figure 90 : Observation du rejet B.Ba sous MEB116
Figure 91 : Observation a 30µm du rejet B.Zn sous MEB117
Figure 92 : Observation à 30 µm sous MEB du rejet SKG117
Figure 93: Observation à 30 µm sous MEB du rejet SKF118
Figure 94 : Evolution des paramètres électrochimiques par rapport au temps120
Figure 95 : Analyses chimiques des lixiviats des MCA122
Figure 96 : Paramètres électrochimiquesdes lixiviats des MCA après désulfuration par flottation
Figure 97 :analyses chimiques des lixiviats issus des MCA après flottation127
Figure 98 : Paramètres électrochimiques des lixiviats des CH après désulfuration par flottation
Figure99 : Analyses chimiques des lixiviats issus des CH après flottation130
Figures 100-101 : Observation a 10µm sous MEB du rejet SKF avant (a) et après (b) désulfuration
Figure 102 : Représentation des quantités désulfurés pour chaque rejet132
Figure 103 : Paramètres électrochimiquesdes lixiviats résultants des MCA après désulfuration par séparation gravimétrique
Figure 104 :analyses chimiques des lixiviats issus des MCA après Séparation gravimétrique
Figure 105 : Paramètres électrochimiquesdes lixiviats CH après désulfuration par SG137

Figure	106 :analyses	chimiques	des	lixiviats	issus	des	СН	après	Séparation
gravim	étrique	•••••	•••••	• • • • • • • • • • • • • •	•••••	•••••	•••••	•••••	139
Figure	107 : Variation	du pH et E	h des	trois sou	ches ba	ctérie	nnes	pendan	t l'isolement 140
Figure	108 : Variation	des UFC/ml	penda	ant l'isole	ment		•••••	• • • • • • • • • • • •	142
Figure	109 : Paramètro	es électrochir	nique	s de la bio	olixiviat	ion	•••••	•••••	143
Figure	110 : Spectre IF	R du rejet SK	F ava	nt désulfu	ration	bacté	rienn	e	145
Figure	111 : Spectre IF	R du rejet SK	F apr	ès désulfu	ration	bactr	ienne		145
Figure bactérie	112 : Observat enne	ion microsco	opique	e à 30 μm	ı de l'é	chant	tillon	SKG aj	près attaque 147
Figure colonisa	113 : Observation bactérienr	ation micros	scopic	que d'un	grain	de	l'écha	ntillon	SKG sous

Liste des abréviations

- A.F: AcidithiobacillusFerroxidans
- A.T : AcidithiobacillusThiooxidans
- **BSR : Biofilresulfato-réducteur**
- B.Ba: Rejets plombo-Baytine de Boucaid
- B.Zn : Rejets plombo-Zincifère de Boucaid
- Cc : Coefficient de courbure
- Cu : Coefficient d'uniformité
- **CH : Cellule humide**
- **CRAPC : Centre de Recherche d'Analyses Physiques et Chimiques**
- **DCA : Drain Calcaire Anoxique**
- **DCO : Drain Calcaire Oxique**
- **DMA : Drainage Minier Acide**
- **DNC : Drainage Minier Contaminé**
- **D.O : Densité Optique**
- **DRX : Diffraction aux rayons X**
- Eh : Potentiel d'Oxydoréduction.
- ETM : Elément Trace Métallique.
- FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
- **IR : Infrarouge**
- M: Concentration molaire (mol/l)
- MEB : Microscopie électronique à balayage
- MCA : Mini cellule d'altération
- MPa : Le mégapascal
- NAG : Net Acid Generation Test
- N : Normalité
- Od : Concentration de l'oxygène dissous.

- PA : Potentiel Acidogène.
- PG : Potentiel de génération d'acide.
- pH : Potentiel d'Hydrogène
- **PN : Potentiel de Neutralisation.**
- **PNN : Potentiel Net de Neutralisation.**
- **P**: Pression
- SAA : Spectroscopie par absorption atomique.
- SKG : Rejet brut de séparation gravimétrique de Sidi Kamber
- SKF : Rejets bruts de flottation de Sidi Kamber
- S-G : Séparation gravimétrique
- **T°** : Température
- UFC: Unité formant colonies.
- W : Teneur en eau.
- **XRF : Fluorescence aux rayons X**

Introduction générale

Introduction générale

L'Algérie, un pays qui connait une intense activité minière depuis des décennies en raison des richesses et diversité en ressources minérales dont elle dispose, l'exploitation et la valorisation de ces substances représente un facteur important dans le développement économique et l'équilibre social du pays, en contrepartie ce secteur génère de quantités importantes de rejets. De plus, 38 sites miniers abandonnés sont répertoriés.

Par le passé, la pollution générée par ces sites abandonnés ou anciennes mines n'a pas été prise en charge par les entreprises minières ; malgré la loi n° 03-10 sur l'environnement. Des minéraux présents dans ces rejets peuvent réagir avec l'eau et l'air et contaminer l'eau de drainage des haldes et, par le fait même, les milieux récepteurs. Ce type de contamination peut engendrer un drainage acide ou neutre; on parlera alors soit de drainage minier acide (DMA) ou de drainage neutre contaminé (DNC) (Bussière et al 2004).

D'après plusieurs études, il a été confirmé que l'Algérie dispose de plusieurs mines génératrices de drainage minier acide(DMA) et drainage neutre contaminé (DNC) comme les rejets de concentrateur de la mine mercurielle d'Azzaba dans la wilaya de Skikda (Seklaoui et al, 2016), les rejets de concentrateur de la mine de Chaabet El Hamra et Kherzet Youcef (Merchichi, 2013) ainsi que les tailings et stériles des mines abandonnées de Sidi Kamber et de Boudoukha dans la wilaya de Skikda (Issaad et al, 2019; Charchar et al, 2020).

Au cours des dernières années, des études de recherche ont été menées afin de maitriser les problèmes environnementaux générés par les résidus et de limiter leurs impacts par l'application de méthodes contrôlant la contamination provenant de ces résidus.

De plus, des études géochimiques ont été menées afin de maitriser les mécanismes régissant la mobilité des éléments métalliques dans différentes conditions.

A ce constat, nous avons mené la présente étude pour connaitre l'impact de l'activité minière en général, en particulier, le comportement géochimique et le traitement des rejets de deux sites miniers : Unité de Boucaid (Wilaya de Tissemsilt) traitant par séparation gravimétrique un minerai barytique et le site abandonné de Sidi Kamber (Wilaya de Skikda).

Les objectifs de cette étude sont les suivants :

- 1. Caractérisation physique, chimique et minéralogique de différents types de rejets représentatifs, de la mine active de Boucaid (B.Ba et B.Zn) et de la mine abandonnée de Sidi Kamber (SKF et SKG).
- 2. Prédiction du drainage minier acide avant traitement (essais statiques et cinétiques)
- 3. Traitement des rejets par désulfuration environnementale en utilisant trois techniques différentes (flottation non sélective, séparation gravimétrique et activité bactérienne)
- 4. Évaluer le potentiel de génération d'acidité après désulfuration à l'aide d'essais cinétiques en mini cellules d'altération et en cellules humides.
- 5. Valorisation des rejets (confection de béton).

Le premier chapitre contient une revue de littérature détaillée décrivant tous les points cités dans l'étude, le deuxième sera consacré à la caractérisation physico-chimique, chimique et minéralogique des échantillons, ainsi qu'aux protocoles analytiques suivis durant les essais de désulfuration environnementale, d'évaluation du comportement géochimique et de valorisation ; quant au troisième chapitre, il sera consacré à l'interprétation des résultats obtenus dans le deuxième chapitre, et enfin le travail sera clôturé par une conclusion générale.

Chapitre 1 :

Problématique environnementale de l'industrie minière

1.Introduction

L'exploitation minière représente une activité économique très importante pour le monde et spécialement l'Algérie (Or, phosphate, fer, plomb, zinc, uranium...). Elle est à la source de la production de nombreux biens d'équipements et de consommation, de la simple construction à l'innovation technologique la plus moderne : hormis les profits économiques qu'elle permet de générer, elle favorise aussi la formation et l'emploi de la main-d'œuvre locale. Cette industrie peut également engendrer des effets environnementaux dramatiques (perturbations de terrains naturels, effluents acides, grandes quantités de déchets, bruits, vibrations...). Il est à noter que chacune des étapes d'exploitation peut être génératrice d'impact environnemental potentiel. Ces impacts seront fonction du type d'exploitation (mine à ciel ouvert, mine souterraine), de la substance exploitée ainsi que la nature du gisement. Afin de maitriser ces problèmes environnementaux et améliorer la viabilité écologique de l'exploitation, les sociétés minières doivent travailler durement pour extraire de manière responsable, produire moins de déchets, travailler avec des processus plus sécuritaires et améliorer leur gestion environnementale.

2. Impacts environnementaux

Divers problèmes engendrés par l'activité minière (mine en cours d'exploitation ou abandonnée) ainsi que leurs diverses sources sont expliqués ci-dessous.

2.1. Impact sur la qualité de l'air

La qualité de l'air est menacée par les différentes opérations minières, (MINEO Consortium, 2000), dont les sources de pollution sont :

Туре	Sources et Impacts
Mobile	-Moyens de transport minier.
	-La quantité de monoxyde de carbone et des composés organiques volatils émis
	pouront contribuer à la formation d'ozone tropospierique.
Fixe	-Combustion de carburants dans les diverses installations de production et
	d'opérations métallurgiques.
Emissions	-Sources non identifiées, émissions incontrôlables avec des caractéristiques et
fugitives	impacts difficilement prédits.
Bruits et	-Fonctionnement d'engins, d'opérations et installations minières.
vibrations	

Tableau 1 : Impacts de projets miniers sur la qualité de l'air

2.1.1. Exemple

Comme toute installation industrielle, les mines/carrières sont génératrices de bruit qu'il convient de maîtriser le mieux possible. La maîtrise de ce facteur de nuisance passe par l'étude de ses caractéristiques d'émission et de propagation. Les effets liés à une exposition au bruit peuvent induire :

- Une gêne : Il s'agit d'une sensation subjective qui peut se traduire par des modifications du comportement qui varient d'un individu à un autre.

-Des lésions auditives : Les expositions de courtes durées à des bruits d'une intensité supérieure à 120 dB ou prolongée à des bruits à 85 dB peuvent provoquer ces effets (Organisation Mondiale de la Santé (OMS), 2011).

Pour la sécurité des travailleurs, toute entreprise minière active doit régulièrement surveiller l'intensité du bruit émis dans les différentes stations tout en respectant les limites réglementaires.

L'entreprise nationale des produits miniers non ferreux (unité de Boucaid) procède à des mesures régulières de l'intensité du bruit dans ces différentes stations (pulvérisation, concassage...). Les tableaux ci-après résument les mesures effectuées au niveau de cette unité.

Tableau 2 : Présentation des résultats de l'émission du bruit à l'unité de Boucaid Tissemsiltpour l'année 2020

Désignation	Positions	Niveau Sonore mesurée en (dB)	Niveau sonore réglementaire en (dB)
Station de	Sud	78	70
concassage primaire	Est	58	
de l'unité	Nord	62	

Site 1 : Station de concassage primaire de l'unité

Site 2 : Station de pulvérisation de l'unité

Désignation	•	Positions	Niveau Sonore mesurée en (dB)	Niveau sonore réglementaire en (dB)
		Ouest (à l'intérieur de la	72	
		station)		
Station	de	Est (à côté de la poste)	62	70
pulvérisation	de	Sud (au niveau du marché)	60	
l'unité		Ouest (au niveau de l'école)	62	

2.2. Impact sur la faune et la flore

L'exploitation minière peut constituer une menace pour la biodiversité (perturbation, déplacement, redistribution de la surface du sol...).

L'amputation de la faune et la flore des sites miniers perturbe la chaîne trophique des autres animaux.

2.3. Impact sur les sols et eaux de surface

Selon une étude commanditée par la Communauté européenne :

L'impact sur les sols est principalement caractérisé par l'érosion et la modification du paysage (érosion des sols exposés, minerais extraits, terrils) et cela depuis le début des opérations jusqu'à l'achèvement des travaux de réhabilitation d'une mine.

L'érosion peut provoquer le chargement important de sédiments (et tous polluants chimiques accompagnants) vers des plans d'eau proches.

Les principaux facteurs influençant l'érosion comprennent le volume et la vitesse du ruissellement, le taux d'infiltration des précipitations dans le sol, le couvert végétal et la pente, (Earthworks Fact Sheet, 2002).

2.4. Impact sur la stabilité physico-chimique

Les opérations mises en œuvre sur un site minier pour exploiter et valoriser un gisement génèrent des déchets qui peuvent être nocifs pour l'environnement s'ils sont éliminés sans avoir subi le traitement adéquat. Nous citons :

1. Rejets miniers Solides (stériles de découverture, d'exploitation et rejets de traitement), notons que les rejets de traitement sont les plus inquiétants en vue de leurs contenances d'éléments chimiques ajoutés au cours des processus de valorisation (Flottation, lixiviation...). Ces résidus représentent l'une des sources les plus significatives de métaux lourds nocifs à l'écosphère (El Hachimi et al, 2016).

- 2. Rejets miniers liquides (effluents acide...)
- 3. Boues de traitement

La génération de ces rejets et leurs entreposages pourraient affecter l'équilibre naturel physico-chimique sur place.

2.4.1. La stabilité physique :

La stabilité physique des haldes est affectée par leur configuration géométrique, la topographie, les propriétés des matériaux constituant la halde, la méthode de construction, les conditions climatiques et hydrologiques, les pressions d'eau ainsi que par l'ampleur et la nature des forces dynamiques.

2.4.2. La stabilité chimique : ces empilements possèdent un indice de vide important (granulométrie grossière) ce qui entraîne souvent des taux de réactions très élevés, supérieurs à ceux observés dans les rejets du concentrateur. Néanmoins, cette stabilité est grandement affectée lorsque ces stériles contiennent des minéraux sulfureux qui peuvent avec le temps générer le phénomène de drainage minier acide DMA.

2.5. Drainage neutre contaminé (DNC)

Un drainage minier dont la qualité chimique est affectée par le passage à travers le rejet minier, mais qui n'est pas acide (MEND, 2004), avec un pH inclus dans la zone de neutralité (6 à 9,5) (Villeneuve, 2004) mais contient des concentrations en métaux supérieures aux critères environnementaux, Karine, 2017.

2.5.1. Sources du DNC

1) L'acidité généré par les minéraux sulfurés n'est pas efficace pour abaisser le pH sous la zone de neutralité, cela est lié à la présence de minéraux acidivores (les plus fréquemment rencontrés sont les carbonates et les silicates qui neutralisent l'acidité en se dissolvant et en libérant des ions contenant du calcium (Ca), du magnésium (Mg), du manganèse (Mn), de l'aluminium (Al) (Sorrenti,2007).

2) La dissolution de minéraux d'altération contenant des métaux solubles à pH neutre

3) La disposition subaquatique des résidus générateurs d'acide ou la mise en place des couvertures à effet de barrière capillaire sur des résidus miniers générateurs d'acide; la lente diffusion de l'oxygène dans l'eau ou à travers la couche de rétention d'eau entraîne une plus faible oxydation des sulfures (Aubertin et al. 1999).

4) L'oxydation de sulfures sans génération d'acidité, exemple la galène et la sphalérite.

2.6. Drainage minier acide (DMA)

Le principal problème environnemental auquel fait face l'industrie minière découle du mauvais entreposage des rejets miniers solides contenant des minéraux sulfureux, ces derniers en contact de l'air et de l'eau peuvent générer le drainage minier acide (DMA) (Bouzahzah ,2013 ; Jouini et al, 2020). Le DMA se caractérise par un pH faible, une conductivité élevée, la présence d'acide minéral (H₂SO₄) ainsi qu'une forte mobilité des métaux comme le plomb, le fer, le cuivre, le zinc, l'arsenic) (Chevalier, 1996 ; Melanson, 2006 ; Mbuya et al., 2018). Ces éléments métalliques peuvent gravement contaminer les sols et les eaux souterraines.

Le maximum d'oxydation peut être observé de vingt à trente ans après le stockage des résidus dans le cas de rejets qui renferment une quantité moyenne en sulfures, tandis que pour les résidus riches en sulfures, il peut se poursuivre pendant des centaines d'années après la fermeture d'un site (Ouakibi 2013).

Les compagnies minières doivent faire face aux problèmes liés au DMA provenant des haldes à stériles, et principalement, le DMA issu des mines abandonnées.



Figure 1 : Mise en place et génération du DMA

2.6.1. Oxydation des minéraux sulfurés (formation du DMA)

La production du DMA comprend une série de réactions chimiques et biochimiques. Le DMA se forme lorsque les minéraux sulfureux acidogènes principalement la pyrite sont exposés à l'eau et à l'air, L'oxydation libère alors de l'acidité dans le milieu, favorisant ainsi la mise en solution des métaux lourds solubles.

D'après (Bussière, 2009), cette oxydation suit 3 phases :

Phase 1) : Oxydation directe de la pyrite par l'oxygène et l'eau à des pH s'approchant de la neutralité (des valeurs variables entre 5 et 7), il en résulte de cette phase une libération de sulfates et des ions fer ferreux en solution. Le pH baisse progressivement car des ions H^+ sont eux aussi libérés en solution.

$2FeS_2+7O_2+2H_2O \boxminus 2Fe^{2+}+4SO_4^{2-}+4H^+(1)$

Phase 2) : Oxydation du fer ferreux en fer ferrique

Ou en hydroxyde de fer et l'hydrogène suivant la réaction suivante :

A un pH < 4, le fer ferrique précipite sous forme d'hydroxyde ferrique ce qui augmentera l'acidité du milieu.

$Fe^{3+}+3H_2O ightarrow Fe(OH)_3+3H^+(2.2)$

A un pH trop acide (typiquement inférieur à 4), le milieu s'acidifie encore plus ; nous enregistrons plus de précipitation du fer ferrique, où ce dernier prend le rôle d'un agent oxydant beaucoup plus efficace que l'oxygène, et son oxydation est de 10 à 100 fois plus rapide que celle produite par l'O₂ (Mylona et al. 2000).

Phase 3) : L'oxydation indirecte de la pyrite par l'agent oxydant (Fe³⁺)

La réaction globale de l'oxydation de la pyrite est présentée par l'équation (3) (Aubertin M. et al. 2002).

$FeS_2 + 14Fe^{3+} + 8 H_2O \implies 15Fe^{2+} + 2SO_{4^2} + 16H^+(3)$

Ou par l'équation (4) (Morin et al. 1995) (l'oxydation par O_2 qui a lieu à des pH proches de la neutralité (5<pH<7)

$FeS_2 + 15/4 \ 02 + 7/2H_20 \ \Box > Fe(OH)_3 + 2 \ SO_4^{2-} + 4H^+(4)$

La génération du DMA est très lente au début mais une fois le processus lancé, elle s'accroît au fur et à mesure que ces conditions s'approchent de celles de la 3ème phase (Bussière et al. 2005).



Figure 2 : Etapes de formations du DMA (Aubertin et al ,2002)

Les microorganismes tirent l'énergie nécessaire à leur croissance des réactions d'oxydoréduction métalliques, les bactéries acidophiles voient leur activité croitre à des pH < 4,5. Ces bactéries catalysent principalement la transformation du fer ferreux en fer ferrique (Thiobacillusferrooxidans) favorisant l'oxydation indirecte de la pyrite (Nordstrom, 2000) et accentuentde ce fait le processus de production du DMA (Skousen et al, 2017).

De nombreux facteurs influencent la vitesse de formation du DMA, tel que le pH, la température, la quantité d'oxygène présente dans l'air, le degré de saturation en eau, la présence d'ions Fe^{3+} , l'activité bactérienne, la granulométrie du matériau, le type et la quantité de minéraux sulfureux et la contribution des minéraux neutralisants.



Figure 3 : Drainage minier Acide (Site minier situé dans le parc national du Xianju (Chine), INERIS et le BRGM)



Figure 4 : Effluents acides observés au site minier de Rio Tinto (Espagne) (planet.fr)

2.7. Autres impacts

La qualité chimique de l'eau sera également influencée par les autres minéraux contenus dans les rejets (ex. carbonates et silicates)



Figure 5 : Influence des minéraux neutralisants sur le pH durant la génération d'acide (Aubertin et al, 2002)

2.7.1. Métaux toxiques

L'eau constitue un élément essentiel en matière de pollution, dans le cas des métaux, celle-ci va engendrer de nombreuses réactions chimiques. Elle transporte les métaux lourds, et les introduit dans les chaînes trophiques (algues, poisson, etc.). Quand bien même les métaux sont généralement présents sous forme de traces, ils n'en restent pas moins très dangereux, puisque leur toxicité se développe par bio-accumulation dans les organismes. Le tableau ciaprès résume les valeurs limites des paramètres de rejets d'effluents liquides industriels: **Tableau 3**: Valeurs limites des paramètres de rejets d'effluents liquides industriels (Décret exécutif n° 06-141 définissant les valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels, 2006)

Eléments / substance	Symbole	Valeurs Limites (mg/l)
Aluminium	Al	3
Arsenic	As	0.2
Chrome	Cr	0.5
Cuivre	Cu	0.5
Cyanure	CN-	0.1
Fer total	Fe	3
Plomb	Pb	0.5
Mercure	Hg	0.01
Nickel	Ni	0.5
Zinc	Zn	3

Ci-dessous les résultats d'analyses des rejets liquides « ENOF-Mine de Boucaid »

MINISTÈRE DES RESSOURCES EN EAU ET DE L'ENVIRONNEMENT

Observatoire National De L'environnement Et Du Développement Durable

Station de surveillance de Tiaret.

Ref : 184 /SST/ ONEDD/2016

Tiaret, le

ية الوطنية للمغتجات المنجمية غ ديدية والمواد الفاهعة - إيشوف وحدة بوقائيد

انشاريخ

ind J

ية وارد

788

1 5 DEC 2016

Bulletin d'Analyse

Pour le compte de : ENOF - Mine de BOUCAID.

Adresse : BOUCAID - TISSEMSILT.

Spécification de l'échantillon : Eau, au nombre de (02) échantillon.

Lieu de prélèvement :

- Echantillon 01: Au niveau de la sortie des eaux de jiguage de la station d'enrichissement de l'unité.

....

- Echantillon 02: Au niveau des eaux de bassin de recyclage de la station de pulvérisation de l'unité.

Date de prélèvement : 09/10/2016

Prélèvement effectué par : le client.

Date d'entrée de l'échantillon au laboratoire : 09/10/2016

Présentation des résultats d'analyses

Type Féchantillon	Paramètres	Unités	Résultats Echantillon 01	Résultats Echantillon 02	Valeurs limites	Tolérance aux Valeurs limites anciennes installations	Normes d'analyse	
	Température	°C	21.6	22.2	30	30	Multi	
	PH		2.22	7.66	6.5-8.5	6.5-8.5	paramètres	
	DCO	mg/l	960	480	120	130	ISO : 6060 :1989	
	Cr	mg/l	<0.2	<0.2	0.5	0.75	ISO :	
nalyse d'eau	Cu	mg/l	<0.1	<0.1	0.5	1		
	Pb	mg/l	0.3	0.2	0.5	0.75		
	Ni	mg/l	<0.2	<0.2	0.5	0.75	8288 :1986	
	Zn	mg/l	0.9	2.3	3	5		

(*) Valcurs limites des paramètres rejets d'effluents liquides selon le décret exécutif n⁰ 06-141 du 19 avril 2006 définissant les valeurs limites des rejets d'effluents liquide industriels

La Chef de Station

Figure 6 : Bulletin d'analyse des rejets liquides à Boucaid, 2016

3. Gestion des rejets miniers

Une mine doit gérer ses rejets sur le site même. La gestion intégrée vise à optimiser les stratégies de gestion des rejets miniers et à minimiser les impacts négatifs sur l'environnement en adaptant les processus de récupération des minéraux. Toute entreprise minière doit étudier l'entreposage des rejets, calculer régulièrement les quantités générées et étudier les modalités de leur utiliser si possible.

Le type de rejets et leurs quantités varient d'une exploitation à une autre et d'un lieu à un autre. Chaque type de rejet est géré de façon spécifique, en fonction de ses propriétés, de l'opération minière en elle-même ainsi qu'à la particularité du site et de leurs atteintes à l'environnement.



Figure 7 : Entreposage des rejets miniers (Unité Boucaid, Tissemsilt Algérie, 2021)

3.1. Gestion des rejets liquides

L'eau représente la ressource la plus indispensable dans tous les secteurs y compris le secteur minier. Sa qualité dans les mines est susceptible d'être dégradée, modifiée et influencée par différents types de contaminants qu'on cite : Les contaminants radioactifs, Solubles et insolubles (Chaire CRSNG Polytechnique-UQAT, Canada, 2002).

Les contaminants solubles produits par l'industrie minière sont : les acides générés par l'exposition des sulfures (contenus dans les rejets miniers ou dans la mine) à l'oxygène de l'atmosphère, les métaux lourds (Cu, Pb, Zn, Hg, etc.) et les contaminants résultant des procédés de traitement des minerais. Ce type de contamination est habituellement associée au phénomène appelé drainage minier acide (DMA). Les contaminants non solubles sont constitués de particules solides en suspension dans l'eau causant une turbidité ou des effets d'ensablement suite à leur sédimentation.
3.2. Gestion des rejets de concentrateur

La stabilité des digues est confrontée elle aussi à des problèmes comme l'érosion régressive du matériau présent dans cette dernière, le glissement des zones instables le long de la pente attribuable aux sollicitations statiques et dynamiques, le potentiel de liquéfaction en raison des sollicitations dynamiques et de la capacité des matériaux de fondation face au tassement et à la rupture.

Cette stabilité dépend également du type de matériaux utilisés pour contenir les rejets de concentrateur et de la méthode de construction utilisée (aval, amont...).

En revanche, la stabilité chimique est touchée dès lors que ces derniers sont utilisés comme matériaux de remblais cimentés sous terre où sa résistance varie en fonction de la composition minéralogique et chimique ce qui peut affaiblir la résistance du remblai et contribue par la suite à des altérations chimiques diverses (Bernier et al 2002).

3.3. Gestion des boues de traitement

C'est le résultat d'un traitement chimique visant à décontaminer l'eau acide chargée en métaux. Elle a fait l'objet de plusieurs études et recherches sur sa disposition, mais les préoccupations sont toujours liées à son comportement hydromécanique durant les étapes de suspension, sédimentation et consolidation (3 Chaire CRSNG Polytechnique-UQAT, 2002).

3.4. Gestion de rejets solides

L'entreposage des différents rejets miniers au fur et à mesure du temps formera des empilements de matériaux rocheux avec une granulométrie plus ou moins grossières que nous appelons Haldes, l'hétérogénéité de cette dernière rendra beaucoup plus compliquer les différents comportements de l'ouvrage (mécanique, hydraulique et même géochimique).

4. Valorisation des rejets miniers

Le but de la gestion des rejets miniers ne demeure pas seulement sur l'intérêt environnemental mais aussi sur les profits économiques qui peuvent en résulter de leur valorisation (leurs utilisations comme remblais, matériaux de construction...) (Taha, 2017 ; Taha et al, 2018).

Tableau 4 : Différentes valorisations des reje
--

X 7. 1	4 m • . •				
valorisation des reje	Valorisation des rejets miniers				
Remblais miniers sou	iterrains				
-Optimisation de l'exp	ploitation du gisement (plancher de travail, pilier secondaire).				
-Utilisation de 60% de	es résidus de concentrateur (Benzaazoua et al, 2004).				
1. Remblais miniers	-Utilisation des stériles miniers dans la composition du remblai.				
rocheux	-Remblai sec				
2.Remblais miniers	-Remblai de faible résistance, contenant 60 à 73% de solides (Chou,				
hydrauliques	2012).				
	- Constitution principale : résidus de concentrateurs, eau \pm liant.				
3.Remblais miniers - Remblai constitué de pâte contenant (80 à 85% de solides et 3 a79					
cimentés en pâte de liant, Benzaazoua et al, 2003).					
-L'épaississement et la filtration sont nécessaires.					
4.Remblais des	-Remblais par tout types de rejets minier quand ces derniers ne				
fausses	présentent pas des dangers pour l'environnement				
	- La viabilité de son utilisation est qu'une fois arrivé à une				
	concentration de gisement $> 50\%$ (union européenne, 2009).				
Dépôts en pâte de surface					
- Restauration p	- Restauration progressive du parc à résidus (réduction de la taille des ouvrages de				
rétention des parcs) (Deschamps et al, 2009).					



Figure 8 : Schéma de constitution d'un remblai minier en pate cimenté.

4.1. Utilisation des rejets miniers comme matériaux de construction

Nous avons vu précédemment les différentes utilisations des rejets miniers dans les procédés de remblayage, on s'oriente maintenant vers une autre alternative importante qui permet leur usage comme matériaux de construction (du sable pour la confection de mortiers ou bien broyé et mélangé avec du ciment pour fabriquer quelques types de béton ...) (Xu et al, 2019). Dans sa thèse, Taha (2017) a démontré que l'on peut confectionner des briques cuites en substituant le maximum possible des argiles naturelles par des rejets miniers, c'est un projet a double avantage, la possibilité de figer les éléments polluants des rejets de calamine et les stériles de charbon lorsqu'ils sont cuits à une température variant de 900° à 11000°C, d'une part, d'autre part de diminuer les coûts de stockage des rejets à la surface.

Néanmoins cette pratique reste à l'échelle du laboratoire mais quelques pays comme le Maroc applique déjà cette méthode (Soualhi, 2014) (Argane, 2015).

Des études plus récentes ont même démontré une nouvelle facette du béton appelé « béton lourd) où la baryte finement broyée constitue un ingrédient important en vue de sa haute densité ainsi que pour son rôle dans l'amélioration de la viscosité plastique et le seuil de cisaillement (Bouali et al, 2019).



Figure 9 : Dosage du béton de fondation



Figure 10 : Evolution de la résistance du béton en fonction du nombre de jours de séchage

Classe de résistance à la compression	Résistance caractéristique minimale sur cylindres (en MPa)	Résistance caractéristique minimale sur cubes (en MPa)
C8/10	8	10
C12/15	12	15
C16/20	16	20
C20/25	20	25
C25/30	25	30
C30/37	30	37
C35/45	35	45
C40/50	40	50
C45/55	45	55
C50/60	50	60
C55/67	55	67
C60/75	60	75
C70/85	70	85

Figure 11 : classes des résistances a la compression du béton

5. Méthodes de restauration

Les objectifs fixés par ces méthodes sont cités ci-dessous :

- Protection des populations contre tout danger environnemental (limiter la production et la propagation de substances polluantes).
- Garantie de la stabilité à long terme des terrains
- Aspect esthétique satisfaisant.
- Retour à l'équilibre naturel.

Le choix d'une technique de prévention se fait selon une approche rigoureuse, en allant des analyses de laboratoire, études de terrain jusqu'au modélisations à plus ou moins long terme (Park et al, 2019). Nous citons quelques méthodes dans ce qui suit.

Tableau 5 : Principales méthodes de prévention de génération de drainage minier acide(Aubertin et al., 2002)

Exclusion de l'eau	Exclusion d'O2Conditionnement		Méthodes indirectes	
Membranes étanches	-Recouvrement en eau	-Séparation des	-Suppression de	
Scellant, enduits	-Recouvrement	Sulfures	l'action des Bactéries	
Sols imperméables	Multicouche	-Enrobage, traitements	- Neutralisation	
Mélanges (bentonite,	-Consommation d'O ₂	de surface	 Contrôle de T° 	
ciments)	-Couvertures étanches			

5.1. Barrières de recouvrements

Conçues principalement pour réduire et limiter les migrations et infiltrations d'eaux et gaz afin d'empêcher tout contact rejets-surface mais ses exigences d'utilisation sont diverses : stabilité des surfaces, résistance à l'érosion et ruissellement, réduction des accumulations d'eau et remise en état des lieux avec préparation pour des utilisations ultérieures.

5.1.1 Barrières à l'oxygène

Soit par l'ajout de recouvrements présentant une faible perméabilité aux gaz ou alors des recouvrements consommateurs d'oxygène (souvent composés de matériaux organiques).

Les deux techniques les plus utilisées pour contrôler les flux d'oxygène sont le recouvrement en eau et le recouvrement monocouche.

Le recouvrement en eau consiste d'ennoyer les résidus pour éviter à l'oxygène d'atteindre les sulfures. Il est à noter que la diffusion de l'oxygène à travers l'eau est faible (10 000 fois plus faible que dans l'air). Même si l'eau contient de l'oxygène dissous, à des taux relativement faibles, cela ne permet pas de générer de l'acidité. Nous citons les méthodes de construction des couvertures hydriques suivantes : déversement des résidus au fond de lacs ou d'anciennes fosses à ciel ouvert, construction de bassins artificiels ceinturés de digues, ou encore ennoiement de cuvettes naturelles (Pabst, 2011 ; Demers et al., 2017).

Pour réduire la concentration d'oxygène disponible dans les résidus sulfurés et maintenir un degré de saturation convenable Sr, nous avons tendance à utiliser la méthode de recouvrement

monocouche avec nappe surélevée ; pour que cette méthode soit efficace, le niveau phréatique doit être près de la surface.

5.1.2. Barrières à l'infiltration d'eau

Elle consiste à empêcher la pénétration d'eau dans les rejets. Leurs compositions sont généralement des sols à faibles conductivités hydrauliques saturées (ex. argiles compactées) ou de matériaux synthétiques peu perméables (géomembrane ou géocomposite bentonitique).

5.2. Facteurs influençant la performance d'un recouvrement isolant

Un amoindrissement d'efficacité de cette pratique est causé par maints facteurs car le potentiel des résidus à générer du DMA varie avec la réactivité des Résidus (le degré de saturation et de la température de ces derniers), Coulombe, 2012.

Facteurs	Effets		
	-C'est le facteur principal du transport d'oxygène		
Degré de saturation	-Influence fortement le coefficient de diffusion de l'oxygène, de ce fait le flux diffusif.		
Température	-Effet direct sur la cinétique d'oxydation chimique et		
	biologique des minéraux sulfureux.		

Tableau 6 : Principaux facteurs influençant le recouvrement isolant



Paramètres dimatiques (V_v, D_v, H_n, T, R)

Figure 12: Comportement général du système recouvrement isolant des résidus miniers

5.3. Exemples de restauration de sites abandonnés québécois

Nous citons quelques exemples d'aires d'entreposages de rejets miniers abandonnés restaurés.

 Tableau 7 : Exemples de sites miniers restaurés

Sites	Méthodes adaptées
East Sullivan	Barrière à l'oxygène composée de rejets forestiers
Lorraine	recouvrement multicouche de type CEBC
Solbec-Cupra	recouvrement en eau
Poirier	Recouvrement étanche (géomembrane)
Eustis (Estrie)	recouvrement multicouche avec géomembrane

6. Traitement du drainage minier acide DMA

Dans le cas de sites générateurs de DMA où l'on n'a pas résolu le problème à la source, il faut collecter les effluents acides et les traiter afin de minimiser les impacts sur l'environnement.

Pour traiter les effluents du DMA (augmenter le pH et éliminer les métaux en solution), deux grandes voies de traitement sont envisageables (Johnson et Hallberg, 2005), voie chimique nommée abiotique et voie biologique dite biotique. Chacun de ces deux types est divisé en traitement actif et passif.



Figure 13: Technique de traitement de DMA (Johnson et Hallberg, 2005)

6.1. Traitement Abiotique

6.1.1. Systèmes actifs

Ils font appel à l'utilisation de technologies chimiques ou physico-chimiques qui doivent être continuellement suivies et entretenues (Chevalier, 1996 ; Pelletier, 2014).

Les produits souvent utilisés pour ce type de traitement chimique sont : La chaux (éteinte et vive, le calcaire, le carbonate de soude, la soude caustique, le sulfures de sodium, l'ammoniac, le peroxyde de calcium, la poussière de four, les cendres volantes (Chevalier,1996, Akcil and Koldas,2006).

Avantages du système

- Neutralisation d'une grande quantité d'effluents de DMA.
- Récupération des eaux acides provenant des parcs à résidus miniers où elles sont collectées dans un bassin et traitées chimiquement.

Inconvénient du système

• Génération de grandes quantités de boues.

6.1.2. Systèmes passifs

Les inconvénients du traitement actif ont mené les chercheurs à développer le mode de traitement passif. En effet, depuis le début des années 1990, les traitements passifs sont souvent utilisés pour traiter le DMA. Ces techniques sont favorisées en raison de leur faible coût de réalisation, d'exploitation et d'entretien (Melanson 2006 ; Skousen et al., 2017). Ces traitements sont subdivisés en deux catégories à savoir les traitements abiotiques (drains calcaires oxiques et anoxiques et les bassins calcaires et biotiques (marais aérobie et anaérobies, biosorbeurs, Biofiltres passifs sulfato-réducteurs) (Neculita et al., 2007; Alcolea et al., 2012)

Avantages du système

- Neutralisation d'effluents de DMA.
- Faible coût
- Mise en place facile

Inconvénient du système

• Longue durée du traitement

Tableau 8 : Traitement passif du drainage minier acide (Gazea et al, 1995 ; Halberg et Johnson, 2005, Belamri et Khalfi, 2020)

Nature du Traitement	Traitement	Mode d'action	Effets
Traitement Chimique	Drain oxique de calcaire (DOC)	Dissolution du calcaire en condition aérobie	Augmentation de l'alcalinité, diminution de l'acidité, formation de précipités métalliques dans le drain
Par système			
Passif	Drain anoxique de calcaire (DAC)	Dissolution du calcaire en condition anaérobie	Augmentation de l'alcalinité, Diminution de l'acidité, formation De précipités métalliques en sortie du drain
	Lit fluidisé de calcaire	Fluidisation de particules de calcaire dans un cylindre métallique par les flux d'acide	Évite l'enrobage de particules de calcaires par des hydroxydes de fer qui sont chassés vers des bassins dedécantation.
	Cascade pour aération	Aération de l'effluent	Oxydation et précipitation des Métaux
Traitement	Marais aérobie	Aération de l'effluent par les plantes, adsorption et bioaccumulation	Diminution de la quantité de métaux en solution par des mécanismes d'oxydation et d'hydrolyse
biologique			
	Marais Anaérobie	Milieux réducteurs favorisés par la présence de matière organique dans le marais	Précipitation des métaux en sulfures métalliques par des bactéries sulfato-réductrices

Le choix de la méthode adéquate prend en compte : l'efficacité du système mis en place selon la gravité de la contamination du site, la fiabilité à long terme, la rentabilité économique de ce dernier.

6.2. Exemples de traitement passif du DMA

• Traitement du DMA par marais épurateur (Dufresne, 2015)

Ce type de traitement par marais est le plus économique et le moins efficace comparé aux autres, une fois les solides en suspension sont décantés, les nutriments dissous dans les sédiments sont diffusés et la matière organique est minéralisée, les éléments nutritifs seront absorbés par la végétation et les microorganismes (Verhoeven et Meuloman, 1999)



Figure 14 : Vue en coupe d'un marais surfacique à flux horizontal a) à plantes flottantes et b) plantes enracinées (Société québécoise de phytotechnologie, 2013)

• Biofiltres passifs sulfatoréducteurs (BPSR)

Il s'agit d'un système de traitement passif anaérobie, basé sur l'utilisation des BSR.

Dans un tel milieu les bactéries hétérotrophes ont tendances à oxyder la matière organique (donneur d'électrons) pour la production de l'énergie dont elles ont besoin, et utilisent les sulfates comme accepteurs d'électrons (Gibert et al., 2013), ce qui permettrai la génération du sulfure d'hydrogène et de l'alcalinité sous forme (HCO⁻³) ou (CO₃²⁻) (Johnson et Hallberg, 2005).

Les mélanges réactifs sont constitués d'une source de carbone organique, d'une source d'azote, d'une source de BSR, d'un agent neutralisant et d'un support physique stable pour la fixation des bactéries (Zagury et al., 2006).



Figure 15 : Etapes de construction d'un BPSR : a. différents composants du mélange, b. vue de l'ensemble du système de traitement de DMA (Lounate, 2019)

7. Désulfuration environnementale

Afin de gérer les rejets de concentrateur, Bussière (1995) a proposé la désulfuration environnementale qui consiste à prévenir la production d'acide dans ces rejets et à les utiliser comme matériau de recouvrement suite à un traitement les rendant non producteurs d'acide (PA<PN). Pour ce faire, la flottation non sélective, la séparation gravimétrique ou la biolixiviation sont les techniques les plus appropriées.



Figure 16 : Schéma illustrant le principe de base de la désulfuration environnementale d'un rejet de concentrateur (Benzaazoua, 2018)

7.1. Généralités sur la flottation

La flottation est une technique de la minéralurgie qui différentie les minéraux hydrophiles des minéraux hydrophobes. Les minéraux hydrophobes adhèrent aux bulles d'air et remontent à la surface, grâce à l'intervention des agents chimiques dits collecteurs. Ils sont capables de rendre sélectivement les minéraux hydrophobes et aérophiles. Dans certains cas, l'adsorption du collecteur sur le minéral utile nécessite l'addition préalable d'un activant.

La technique de flottation dépend de plusieurs paramètres dont les plus importants sont (Wills, 2001) :

- Les paramètres chimiques qui sont liés à nature et la dose des réactifs ainsi leur temps de conditionnement.
- Les paramètres liés à l'appareillage qui sont liés au type d'appareil utilisé, à la vitesse du rotor de l'appareil et le débit d'air.
- Les paramètres liés à la préparation de la pulpe comprennent la nature du minéral, la dimension des particules, la densité de la pulpe, la température, le pH etc

7.1.1. Réactifs de flottation

Collecteurs : Ce sont des substances organiques. L'action des collecteurs consiste à diminuer la mouillabilité des surfaces des minéraux par la formation sur leur surface, des pellicules hydrophobes qui contribuent à une meilleure adhérence des particules aux bulles d'air.

Ces agents collecteurs sont classés en trois catégories

Les collecteurs non anioniques : Ils représentent les huiles hydrocarbonées simples

Les agents collecteurs anioniques et cationiques : Ils disposent d'une composante polaire sélectivement liable à la surface des minéraux et d'une autre non polaire qui se diffuse dans la solution, ce qui rend la surface hydrophobe.

La liaison des collecteurs avec la surface des minéraux suit deux voies soit par voie :

Chimique : Très grande sélectivité (chimisorption)

Physique : Force physique (physisorption)

Les principaux collecteurs des minéraux sulfurés sont représentés dans le tableau suivant

Tableau 9 : Principaux collecteurs utilisés pour la désulfuration.

Collecteur	Formule	pH de mise en œuvre
Allkyldithoicarbonates(xanthate)	$R-O-CSS^-, K^+$	8-13
Dialkyldisulfures (dixanthogéne)	R-O-CSS-SSC-O-R	1-11
Dialkyldithiophosphates	$(R-O)_2 PSS^-, K^+$	4-12
Dialkyldithiocarbonate	$(R)_2 \text{ N-CSS}^-, K^+$	5-12
Isopropylthionocarbonate	$(CH3)_2 - CH-O-CS-NH-C_2H_5$	4-9
ercaptobenzothiazole	C_6H_4 –N=CSS- , Na ⁺	4-9

Les déprimants: Ces réactifs sont utilisés afin de diminuer la flottabilité des minéraux de la roche stérile ou de diminuer la flottabilité des minéraux qui doivent passer en produits de cellule. Les déprimants empêchent la fixation des collecteurs sur la surface des minéraux.

Activant : Ils contribuent à la fixation des collecteurs sur la surface des minéraux.

Régulateurs du milieu : Ils sont utilisés afin de créer les conditions favorables lors de la flottation. Leur destination principale est le réglage de la composition des ions dans la pulpe. Les régulateurs exercent une influence sur les procédés d'action des collecteurs, des activant et des déprimants avec les minéraux.

Moussants : Ils interviennent dans la création des interfaces liquide-gaz importantes et de donner une écume (mousse + particules) pseudostable au-dessus de la cellule de flottation. La figure ci-dessous présente le principe du procédé de flottation.



Figure 17: Schéma de fonctionnement d'une cellule de flottation

7.2. Séparation Gravimétrique

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.

La désulfuration environnementale par gravimétrie est une méthode de séparation des sulfures, basée principalement sur la différence de densité des particules, elle a fait ces preuves remarquables même après que les techniques de flottation apparaissent suite à son faible coût et simplicité de mise en œuvre. Elle est efficace pour les fractions grossières dont la surface spécifique est faible, mais aussi pour les fractions fines (<50um) et cela après l'intégration des équipements ayant une haute capacité de traitement (Holland-Batt, 1998).

Plusieurs méthodes de séparation gravimétrique sont employées :

- Séparateur de Knleson (basé sur le concept de centrifugation)
- Table de mozley
- Table à secousses



Figure 18: Schéma du séparateur de Knelson (adapté de Fatahi and Farzanegan (2018))



Figure 19: Schéma de la table de Mozley pour concentrer les sulfures denses



Figure 20 : Schéma de la table à secousses

7.3. Désulfuration par l'action bactérienne

La biolixiviation consiste à extraire les métaux contenus dans des ressources minérales sulfurées (minerai, rejets) par l'utilisation de microorganismes, majoritairement les bactéries, ayant la capacité de catalyser l'oxydation du fer et du soufre. C'est une alternative judicieuse qui permet d'améliorer le bilan environnemental et de réduire les coûts de production et d'exploitation.

Les deux principales voies de biolixiviation sont les voies (statique et dynamique)

Voie statique : elle consiste à faire percoler une solution lixiviante acide à travers le minerai, nous citons : La biolixiviation (d'amas, en tas, en bac et en place).

Voie dynamique : elle nécessite un broyage fin du minerai et des réacteurs travaillant sous agitation et aération, ce qui favorise l'activité bactérienne (Biolixiviation en cuves).

Les mécanismes de biolixiviation sont de deux types :

Mécanismes directs :

Les bactéries sont en contact avec le minéral sulfuré, elles oxydent le sulfure en sulfate par des moyens biologiques directs sans exiger la présence d'ions ferriques ou ferreux (Crundwell, 2003).

Ce mécanisme génère le soufre qui par le biais d'activité bactérienne constituera l'acide sulfurique, les réactions du mécanisme direct sont comme suit :

 $MS + \frac{1}{2}O_2 + H_2SO_4 \rightarrow MSO_4 + H_2O + S^0$

 $S^{0} + 3/2 O_2 + H_2O \rightarrow H_2SO_4$

Mécanismes indirects :

Dans ce cas, les bactéries n'oxydent pas directement le minerai mais plutôt les ions ferreux en ions ferriques, ce sont ces derniers qui oxydent les sulfures du minerai en question, suivant la réaction principale ci-dessous :

 $MS+Fe_2(SO_4)_3 \rightarrow MSO_4+2FeSO_4+S^0$

Les bactéries utilisées sont généralement unicellulaires procaryotes dont 66% sont de gram – selon la classification de bergey.

La vie bactérienne suit quatre principales phases : Phase de latence, de croissance, stationnaire et de déclin. Durant la face de croissance, le nombre de bactérie augmente, leur volume et taille croient pour arriver à une certaine dimension ; ces dernières se divisent par scissiparité).

Les besoins nutritifs des bactéries pour qu'elles se maintiennent en vie et se développent les divisent en deux grandes familles :

-Les bactéries prototrophes : Pour se développer, elles ont besoin de certains éléments, à savoir : (eau + carbone+ azote+ énergie) + macro et micro nutriments.

-Les bactéries auxotrophes : Pour qu'elles se développent, elles nécessitent en plus de besoins élémentaires (eau + carbone+ azote+ énergie), des facteurs environnementaux (pH, T°, P, oxygène ou non selon la bactérie en question), des vitamines et des co-enzymes.

Les bactéries mésophiles sont les plus utilisées dans les applications industrielles suite à leur disponibilité et adaptabilité au milieu, le tableau ci-dessous récapitule les espèces les plus répandues.



7.4. Exemplesd'études de désulfuration environnementale

Méthode de désulfuration	Résultats	Auteur
Séparation gravimétrique	-Processus plus efficace pour les fractions fines comparé aux fractions grossières.	Amar, 2020
Flottation	-Bon rendement pour les fractions fines ayant des grains libres.	
Flottation	-Optimisationdeladésulfurationparflottation-meilleurecompréhensiondesmécanismesdesurfaceimpliquésdanslesinteractionsxanthate-pyrite-Rejetfinalsaindupointdevueenvironnemental	Mermillod-Blondin, 2005

Tableau 10 : Exemples de techniques de désulfuration utilisées.

8. Comportement géochimique des rejets miniers

Deux types d'essais sont employés pour la prédiction du DMA : les tests statiques et les tests cinétiques

D'un essai à un autre, la méthode de réalisation diffère, ceci pourrait donner des résultats de prédiction du DMA discordants pour un même échantillon.

Pour les tests statiques de prédiction, le choix se fait en fonction des informations chimiques et minéralogiques disponibles sur les échantillons tandis que pour les essais cinétiques, le choix est souvent lié aux objectifs fixés par l'utilisateur.

8.1. Tests statiques

Les tests statiques consistent à déterminer le potentiel de production d'acide (PA) et le potentiel de neutralisation (PN) des rejets miniers afin de prédire la production du DMA. Ce sont des essais rapides et peu coûteux (Bouzahzah et al. 2013, Fannie Lessard 2018; Amar 2020).

Ils sont de trois types :

- Deux de ces tests se déroulent en deux étapes pour la détermination du (1) PA et du (2) PN, c'est les <u>tests statiques chimiques</u> et les <u>tests statiques minéralogiques</u>.
- <u>Les tests NAG (Net-Acid Generation test</u>) se déroulent seulement en une seule étape qui regroupe la détermination du PA et PN.

8.1.1. Tests statiques chimiques

Le premier test qui a été utilisé pour la prédiction du drainage minier acide est le test de sobek (Sobek et al. 1978) pour qu'après Miller et al. 1991; Lawrence and Wang, 1997...; le modifie pour une meilleure précision et fiabilité des résultats qu'il propose.

Le potentiel de neutralisation « PN » exprimé en « Kg CaCO₃/t », nous informe sur la capacité de neutralisation d'acide qu'a un minerai/rejet. Il consiste d'abord à tester et d'évaluer visuellement l'effervescence de l'échantillon (test de FIZZ) suite à une acidification à l'acide sulfurique, l'échantillon est mis ensuite avec de l'eau déionisée et le volume d'Hcl fixé par le test de FIZZ pour une durée de 24h. A la fin de l'essai, une titration est réalisée avec de l'hydroxyde de sodium pour déterminer la quantité d'acide en excès. Le PN est calculé comme suit:

 $\textbf{PN}=\left(\left[\left(N_{Hcl}\times V_{Hcl}\right)-\left(N_{NaOH}\times V_{NaOH}\right)\right]\times 50\right)/\ m.$

PN : Potentiel de Neutralisation en Kg CaCO3 /t.

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

V_{Hcl}, V_{NaOH} : Volume Total d'Hcl, NaOH utilisé (ml)

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

50 est un facteur stœchiométrique et de conversion

Potentiel acidogène « PA »

Il exprime le pouvoir qu'a un matériau à produire de l'acidité dans un milieu quelconque, son PA est calculé comme suit :

 $PA = S_{sulfures} x 31.25$, S: Pourcentage de soufre sous forme de sulfures (%)

31,25 est le facteur de conversion stœchiométrique.

Tests NAG

Dans le but d'oxyder les sulfures contenus dans l'échantillon, on y ajoute le peroxyde d'hydrogène et l'acide produit est neutralisé par les minéraux acidivores présents aussi dans l'échantillon.

Le pH obtenu est interprété comme suit :

Si le pH <4,5, l'échantillon est potentiellement générateur d'acide.

Dans le but d'obtenir des résultats satisfaisants, les tests NAG ont été améliorés, nous citons : l'essai NAG statique (une seule addition de peroxyde), l'essai NAG séquentiel (plusieurs additions consécutives du H_2O_2) et l'essai NAG cinétique, où le pH et la température sont enregistrés durant les réactions d'oxydation et de neutralisation.

Des descriptions plus détaillées se trouvent dans (Bouzahzah et al 2013) ;(MEND, 2009) ; Bassolé, 2016, Amar et al 2020).

8.1.2. Test statique minéralogique

Les tests statiques minéralogiques, quant à eux, nécessitent une caractérisation minéralogique de chaque échantillon et la contribution propre à chaque minéral dans la production d'acidité ainsi que sa capacité de neutralisation, ce qui contribuera à des estimations beaucoup plus fiables du PA, PN.

8.1.3. Interprétation des résultats tests statiques

Les deux principaux facteurs de classification des rejets sont le pouvoir net de neutralisation (PNN =PN-PA) et le NPR (rapport PN/PA) comme illustré ci-dessous :

Nous distinguons trois importantes zones :

Zone 1 : les rejets sont non générateurs d'acide avec un PNN>20 kg $CaCO_3/t$ et NPR > 4. Dans cette zone, les rejets contiennent une quantité importante de minéraux neutralisants par rapport aux minéraux acidogènes (très faible quantité de sulfures.)

Zone 2 : Elle estappelée zone d'incertitude avec un rapport PN/PA qui varie entre 1 et 4 (les rejets ne sont classés ni comme générateurs d'acide ni non générateurs d'acide, le PNN de la zone d'incertitude est généralement compris entre -20 kg CaCO₃/t et +20 kg CaCO₃/t (Miller et al. 1991).

Zone 3 : Les rejets sont générateurs d'acide, ils renferment une quantité élevée en minéraux acidogènes (sulfures) par rapport aux minéraux neutralisants avec un PNN < -20 kg CaCO₃/t.

Les critères de classification des rejets sont très variables d'un auteur à un autre. Néanmoins, ils s'accordent pour dire que pour un rapport NPR<1, les rejets sont générateurs d'acidité.



Figure 21 : Schémas illustrant les deux critères de classification des rejets miniers en matière de génération d'acide, A) PNN= PN-PA, B) NPR = PN/PA, (Mermillod-Blondin,2005).

8.2. Essais cinétiques

En réponse à l'incapacité des essais statiques dans la zone d'incertitude à classer les rejets comme générateurs d'acide ou non, les essais cinétiques ont vu le jour.

Les tests en colonnes, mini cellule d'altération, cellules humides et parcelles de terrain sont les plus utilisés pour la prédiction du DMA (Benzaazoua et al. 2001, 2004; Villeneuve et al. 2009, Chopard,2017; Patrick, 2020; Kalyoncu et al.,2020). Lors de ces essais, plusieurs paramètres sont à surveiller dans les lixiviats : pH, Eh, conductivité, acidité/alcalinité, concentrations des métaux, sulfates (SO42-) et autres ions dissous dont certains sont des indicateurs directs des réactions d'oxydation-neutralisation (comme le Ca, Mg et Mn).

8.2.1. Essais cinétiques en cellules humides

C'est l'essai le plus utilisé, normé par l'ASTM (American Society for Testing and Materials, ASTM D 5744-96; 2007; Plante, 2010; Taha et al.,2019). Il est facile à réaliser mais nécessite plus de manipulation que les autres essais. Lors de l'essai, un échantillon d'environ 1kg est soumis à des cycles de lixiviation à raison d'une fois par semaine (20 à 40 rinçages, avec un débit d'air surveillé de 1 à 10 l/min).

Il a été démontré par plusieurs chercheurs : Frostad et al. (2002), Bowell et al. (2006) et Sapsford et al. (2009) que l'essai cinétique en CH est influencé par les cycles d'air sec et d'air humide qui influent fortement sur la réactivité de l'échantillon.

Gosselin et al. (2007), Demers et al. (2009) et Hamdi (2011) ont montré l'effet qu'à la saturation en eau des rejets et la réactivité calculée par le coefficient de réactivité (Kr). Les auteurs montrent que les rejets sont plus réactifs pour une saturation comprise entre 20 et 80 %, et le sont nettement moins quand la saturation est inférieure à 20 % ou supérieure à 80 %. La réactivité est optimale pour un degré de saturation autour de 50 %. Une forte saturation (>80 %) des rejets miniers réduit la disponibilité en oxygène nécessaire aux réactions d'oxydation des sulfures (Hornberger et Brady 1998 ; Mbonimpa et al.2003), alors qu'un degré de saturation très bas (<20 %) réduit la disponibilité en eau, également nécessaire aux réactions d'oxydation-neutralisation (Godbout et al. 2010). Dans le but de trouver une solution, Bouzahzah et al (2010) proposent de garder les même cycles d'air humide et sec mais surveiller d'avantage l'échantillon pour éviter l'état de sécheresse et cela en y ajoutant de l'eau déionisée pendant le cycle d'air sec pour que l'échantillon reste dans l'intervalle 40 à 60% ; mais cela nécessite l'intervention journalière de l'opérateur.

Pour remédier à ces deux cas extrêmes : dessèchement ou saturation élevée en eau, une automatisation de la cellule humide a été proposée par Bouzahzah et al. (2013) en utilisant un contrôleur, une sonde d'humidité et un ordinateur pour la visualisation de la saturation et l'enregistrement des données, et ont observé une réactivité meilleure que celle obtenue par le protocole standard ASTM.

8.2.2. Essais cinétiques en mini cellules d'altération

C'est un essai à petite échelle et quantité d'échantillon (environ 67g) et donc très facile à exécuter. Il permet de donner des résultats assez rapidement dans le temps et très comparables à ceux de l'essai en cellule humide (Benzaazoua et al. 2001, 2004 ;Bouzahzah et al. 2013, chopard, 2017 ; Patrick, 2020; Amar, 2020). Le rinçage se fait 2 fois par semaine ; pendant ce temps l'échantillon est soumis à l'air ambiant. Pour améliorer ces essais (contact de l'échantillon avec l'air), Bouzahzah 2013, et Bouzahzah et al. 2013b proposent de mettre les dispositifs dans des chambres en plexiglas, de ce fait, l'échantillon garde son humidité de manière automatique par un jet d'eau déionisée entrecoupé par des cycles d'air sec simulant ainsi les conditions de terrain (vent-pluie).



Figure 22 : Photo des mini-cellules d'altération (Ethier ,2011)



Figure 23: Schéma du montage de l'essai en mini-cellule d'altération (Amar, 2020)

8.2.3. Essais cinétiques en colonnes

Ces essais ne sont pas normalisés, leur confection diffère d'un auteur à un autre et cela selon les objectifs désirés (Dagenais, 2005 ; Demers, 2008 ; Pouliot, 2019 ; Kalonji, 2020). Les colonnes peuvent être de dimensions variables et menées au laboratoire ou sur le terrain avec de réelles conditions climatiques. Il est à noter que l'essai en colonne est le seul capable, en laboratoire, de tester des scénarios de restaurations comme moyen de prévention du DMA par recouvrement monocouche (Bussière et al. 1999, 2004 ; Dagenais 2005 ; Demers 2008, Doye 2005), multicouche (Dagenais 2005 ; Demers 2008), et par ennoiement (Awoh 2012). On peut également réaliser des essais de consommation d'oxygène (Mbonimpa et al. 2003) ou de CO_2 (Awoh ,2012)







Figure 25: Essais en colonnes (Ethier ,2011)

8.2.4. Essais en cellules de terrain

Ce sont des essais à grande échelle, ils permettent d'étudier le comportement géochimique des parcelles de terrain dans des conditions naturelles par les eaux de pluie sous les conditions climatiques existantes in situ (température, gel-dégel, humidité, évaporation sous l'effet du rayonnement, etc.). Ils sont difficiles à mettre en place et de ce fait les plus coûteuses (nécessitent une machinerie lourde pour leur réalisation) (Bussière et al. 2007 ; Pépin 2009 ; Plante 2010, Pouliot 2019).

La dimension de ces cellules est autour de quelques dizaines de mètres carrés. Notons que les lixiviats sont généralement récupérés après les périodes pluviales.

Objectifs	MCA	CH	Col	Cel- Col
Prédiction du comportement géochimique global des rejets	*	*	*	*
Détermination du taux de production et de neutralisation d'acide dans les conditions de l'essai et leur variabilité dans le temps			*	*
détermination de la qualité de l'eau de drainage par mesure du pH, Eh, conductivité, acidité/alcalinité, ions dissouts	*	*	*	*
Vérifier et valider les résultats des essais statiques	*	*	*	*
Simulation des conditions naturelles d'oxydation (cycles séchage/mouillage)	*	*	*	*
Avantages				
Facilité de mise en œuvre	*	*	*	
Essai reconnu au Canada		*	*	*
Données pouvant servir aux modèles géochimiques	*	*	*	*
Facilité de produire des essais sur un grand nombre d'échantillons	*	*		
Les effets microbiologiques peuvent être pris en compte par inoculation et suivi des populations	*	sje	*	
Permet de faire le test sur une granulométrie étalée de l'échantillon		*	*	*
simuler des scénarios de restauration: recouvrement, amendement, ennoiement			*	*
Simule les modes de dépôt saturé et non saturé			*	*
Accélération des taux de réaction	*	*	*	
Respecte les conditions de dépôt in situ		*	*	*
Possibilité de faire des essais de consommation d'oxygène		*	*	
l'essai nécessite peu d'échantillon	*	*		
Inconvénients				
Interprétation complexe	*	*	*	*
Long délai d'exécution de l'essai		*	*	*
Coûts élevés		*	*	*
Complexité de mise en œuvre			*	*
Méthode peu utilisée ou documentée	*			
Les taux de production d'acidité et d'alcalinité peuvent être influencés par la passivation et la précipitation de minéraux secondaires		*	*	*
Permet d'évaluer les changements chimiques et minéralogiques en fonction de la profondeur (profil)			*	
Essai non recommandé pour un grand nombre d'échantillons		*	*	*

Figure 26 : Avantages et inconvénients des essais cinétiques (Bouzahzah, 2013)

8.3. Exemples d'études géochimiques réalisées

N°	L'intitulé	dispositifs	résultats	Référence
<u>N</u> °	L'intitulé Evaluation du comportement géochimique en conditions normale et froides de différents stériles présents sur le site de la mine raglan	dispositifs-7types-7typesd'échantillonsdemêmesitemaislocalisationdifférentesont été étudiés-Desessaiscinétiquesetcolonnesont été appliqués-Desessaisencolonnesont été appliqués-Desessaisend'altérationavec67gd'échantillonont été réalisés(température de -6°C à 22°C)-Paramètreselectrochimiquesdeslixiviatsdeslixiviatsminéralogiqueavectechniques(DRX,MEB-EDS,MSE-WDS)Caractérisationphysique(granulométrie, densitérelativedesgrains,surfacespécifique)réalisée	 résultats Les résultats des essais en colonnes ont montré que les stériles produisent tous un drainage neutre à court terme et que la péridotite a un potentiel de génération de DNC en nickel à court terme (en moyenne 0,280 mg/kg stérile/an). Pour les MCA : A des températures relativement basses les taux d'oxydation des sulfures et lixiviation des silicates sont faibles. A des températures allant de -6°C et 10°c par rapport aux températures normales, il y'a importante libération de calcium suite à l'augmentation de la réactivité de la calcite 	Référence ÉTHIER, 2011
		-Caracterisation chimique avec ICP-AES -Sorption du nickel (essais de sorption en bécher et en	(Ca, Mg) est plus important que le taux d'oxydation des sulfures.	
		flacons agités, extraction séquentielles)	-La variation de température ou (cycle gel -dégel) a engendré l'augmentation de l'oxydation des sulfures et la libération du fer dans le lixiviat.	
			-Plusieurs mines ont enregistré un phénomène de sorption, précipitation du Nickel sauf pour 3, ceux-là sont probablement non générateurs d'acidité car sont très peu sulfureux	

 Tableau 11 : Exemples d'études géochimiques à travers différents auteurs

		 trois lithologies de la mine d'or Canadian Malartic ont été échantillonnées après l'abattage par explosif « tri avant entreposge » Caractérisation physique (tamisage humide, densité relative Gs). 	 Avant la désulfuration : les échantillons sont classés non générateurs d'acide sauf 1 (lithologie AGR) reste incertain -la désulfuration environnementale par séparation gravimétrique a donné des résultats meilleurs à ceux obtenus par flottation (±10% de soufre de différence entre les deux méthodes). 	
2	Tri des stériles miniers comme nouvelle approche de gestion intégrée : contrôle du drainage minier et valorisation	 Caractérisation chimique (ICP-AES, FRX, analyse du soufre et du carbone Test NAG Caractérisation minéralogique (inventaire au Microscope optique, DRX,MEB, Quantification minéralogique par QEMSCAN) Séparation physique : séparateur knelson, table de mozley, flottation) Essais cinétiques en MCA et leurs mesures régulières pH, Eh, conductivité 	 -Le rôle de la granulométrie s'est avéré primordial, suite aux observations par Microscope optique des échantillons après désulfuration, la pyrite a été observée soit encapsulée dans la guange ou semi libre. -Les résultats des essais cinétiques ont démontré que tous les échantillons désulfurés ne sont pas générateurs d'acide, cela implique que la désulfuration environnementale est très efficace. -Les concentrés de la désulfuration ont montré des teneurs satisfaisantes en or et en argent (gestion durable des rejets miniers et une bonne pratique de valorisation). 	Amar,2020

		-Résidus obtenus	-pH neutre à	
		d'usine de traitement	légèrement alcalin	
		de nickel au nord du	0	
		Québec	-Pour les essais en	
			colonnes (avec ou	Qureshi et al, 2021
		-Réalisation d'essais	sans effet	
	Geochemical	de flottation	capillaire),	
		-Analyses	l'échantillon	
	assessment of	effectuées : MEB,	contient plus de	
		DRX, ICP-AES	sulfures.	
3	desulphurized	-Mesures des		
		paramètres		
	tailings as cover	électrochimiques	-Les matériaux	
		(Eh, pH, EC)	utilisés pour la	
	material in cold		construction des	
		-Réalisation d'essais	ICCBE doivent être	
	climates	statiques (Sobek	soigneusement	
		modifié).	sélectionnés pour	
			réduire les risques	
		-Essai en colonnes	de contamination	
		(barrière à effet	environnementale	
		capillaire)		

Chapitre 2 :

Matériels et procédés analytiques

1.Introduction

Le présent chapitre comprend une synthèse géographique, et historique des sites de Boucaid et de Sidi Kamber ainsi qu'une caractérisation de ses rejets miniers. Il résume les caractéristiques physicochimiques, chimiques et minéralogiques des rejets avant et après traitement. Les sections qui suivent décrivent les principales méthodes de désulfuration utilisées dans ce travail (flottation non sélective, séparation gravimétrique par table à secousses et biolixiviation). Dans cette partie, nous décrirons les essais effectués en conditions statiques et cinétiques (mini cellules d'altération et cellules humides) afin d'atteindre l'objectif principal de ce mémoire, soit d'évaluer le comportement géochimique des rejets des deux mines. De plus, des essais de valorisation (confection de béton à base de rejets miniers) seront présentés.

2. Présentation des sites d'études

2.1. Description du site (mine de Boucaid)

2.1.1. Historique

Les premiers gisements découverts dans la mine de Boucaid sont des filons Plombo-Zincifères en 1856, ensuite ce fut le tour de ceux de Belkheir et de Abdelkader d'être découvert en 1860 et 1863 respectivement.

Vers la fin du 19^e siècle des travaux d'exploitation pour l'extraction des polymétaux, ces travaux ont connu leurs apogées en 1940 grâce aux études réalisées par le géologue Français M. Formmel. C'est jusqu'à l'an 1976 que les travaux d'exploitation et de traitement de la baryte ont commencé (Sekendri, 2004)

En 1976, les sites de l'Ain et le Nord furent transmis à la mine de Boucaid dont les réserves sont de 50 000 tonnes pour le premier et 10 000 tonnes pour le second (Sekendri, 2004).

De 1978 à 1982 quatre sites ont été évalués et sont passés à l'exploitation, on cite : Ammal, Rasfa, grand pic et nord.

2.1.2. Localisation géographique

Le champ minier de Boucaid est situé à 70km au Nord-est du Chleff, lieu de la wilaya de Tissemsilt et à 250km au Sud-Est de la capitale d'Alger. Il s'étend sur une surface d'environ 67 km² selon le découpage administratif datant de l'année 1984. Cette mine se trouve dans la commune portant le même nom- Daïra de Lazharia, sur le versant nord, aux pieds du massif de la chaîne de l'Ouarsenis à 1200m d'altitude (Medjitena et al, 2017).

2.1.3. Géologie et morphologie des gisements

Les gîtes métallifères de l'Ouarsenis sont surtout zincifères et deviennent du type B.G.P. en profondeur. La présence de fluorine dans la gangue, ainsi que d'autres caractères conduisent à classer la minéralisation dans la catégorie mésothermale, (Plan d'exploitation de la mine de Boucaid, 2020)

La morphologie du gisement de l'Ouarsenis est conditionnée par les accidents tectoniques, il se présente selon deux types possibles (Filon et Amas).



Figure 27: Situation géographique de l'Ouarsenis dans le Tell algérien, Zeghari (2013)

2.1.4. Minéralisation

Le massif de Boucaid d'origine hydrothermale est encaissé en grande partie dans les calcaires du Lias, où deux types de minéralisations sont rencontrés (Une karstique et une filonienne) (Jaques, 1998; Djili, 2016).

Les réserves géologiques totales du gisement arrêté au 31/08/2020 étaient de l'ordre de 215.824 (classées en catégories B et C1), et les réserves exploitables totales du gisement arrêté au 31/08/2020 étaient de l'ordre de 156.164 (classées en catégories B et C1) (Rapport d'exploitation Boucaid 2020).

2.1.5 Traitement du minerai de Boucaid

L'usine de Boucaid traite, enrichit et transforme le Tout-venant Baryte (Matière première) provenant des différents quartiers dans le but d'obtenir un produit marchand conforme à la norme API. Le Tout-venant avec une grosseur maximale de 500 mm et une teneur minimale de 60% en BaSO₄ est traité dans Trois stations.

Station de concassage : Préparation du Tout-venant à l'enrichissement

Station d'enrichissement : Enrichissement du Tout-venant par la méthode de Séparation gravimétrique.

Station de Broyage : Séchage, Broyage fin et mise en Big-Bag et/ou en sacs.

L'usine dispose d'une aire de stockage de produit fini pouvant aller jusqu'à 3000 tonnes de produit fini.

Concassage :

Cette étape consiste à réduire le Tout-venant Baryte jusqu'à une grosseur admise par la prochaine étape pour pouvoir l'enrichir. Le Tout-venant est chargé à l'aide d'une pelle chargeuse dans une trémie réceptrice de capacité de 120 tonnes à partir d'une aire de stockage pouvant atteindre jusqu'à 5000 tonnes.

Le Tout-venant avec une grosseur maximale de 500 mm à l'alimentation subit trois opérations de réduction mécanique de grosseur :

-Réduction à 70 mm à l'aide d'un concasseur à mâchoires à simple volet type VB67 BERGEAUD.

-Criblage et réduction de la grosseur des particules à 14mm dans un groupe de broyeurscribles mobiles SYMENS, à l'aide d'un crible à 3 étages.

-Réduction à 6mm dans un concasseur à cylindre lisse type BCR 60*80.

Le Tout-venant réduit à une grosseur comprise entre (0 - 8 mm) est stocké dans trois trémies tampons de 120 tonnes de capacité chacune.

L'installation de concassage débite un rendement de 30 tonnes par heure en concassé à (0 - 8 mm).

<u>Enrichissement :</u>

Après avoir concassé le tout-venant, on fait subir à celui-ci une séparation gravimétrique humide dans un appareil appelé Remer-Jig de marque WEMCO.

Le concentré de baryte sera récupéré en bas de l'appareil dans un classificateur spiral puis évacué vers des chambres pour égouttage. Il est stocké sur une surface pouvant supporter jusqu'à 9000 tonnes de capacité. Les rejets quant à eux sont acheminés vers une digue pour décantation, stockage et recyclage de l'eau clarifiée.

Le rendement de cette installation est de 12 tonne/h en concentré.

Station de Pulvérisation et conditionnement (Broyage) :

Cette opération permet de transformer le concentré à un produit fini marchand conforme aux normes.

Le concentré avec une humidité maximale de 12% à l'entrée subit une opération de séchage dans un sécheur rotatif de 14 m de long et 02 m de diamètre où il est ramené à un taux inférieur à 1% à la sortie du séchage. Le produit séché subit des opérations de broyage dans un broyeur pendulaire BP16 ainsi qu'une séparation granulométrique dans un séparateur statique où les particules de dimensions inférieures à 75µm se stockent, ensuite on les évacue à des trémies de stockage de produit fini.

Le produit de dimension inférieure à $75\mu m$ est mis en big-bags de 1.5 tonnes chacun qui représente le produit fini de l'usine destiné pour l'utilisation en boue de forage pétrolier.

Tout Venant Ba (Diamètre max = 500mm)



Figure 28 : Schéma descriptif du processus de traitement du minerai de baryte (Ba) (Plan de traitement mine de Boucaid ,2021)

2.2. Description du site (mine de Sidi Kamber)

2.2.1. Historique

L'exploitation de ce gisement, pour l'extraction du plomb et du zinc s'est arrêtée en 1976. Depuis, la barytine est exploitée à ciel ouvert jusqu'à 1984, date de fermeture définitive de la mine. De nos jours, cette mine est source de contamination des eaux souterraines et de surface, acides, car chargées en métaux (Boutaleb et al, 2017).

De plus, l'arrêt de pompage des eaux d'exhaure a entrainé l'inondation de la mine, ce qui a engendré la dissolution et l'oxydation des minéraux sulfurés.

2.2.2. Situation géographique et climat

La région de Sidi Kamber se localise dans le nord-est de l'Algérie, sur le littoral méditerranéen (à 36km de l'ouest de la ville de Skikda) avec une superficie de 75 km², ses coordonnées géographiques sont :

Latitude 36°43'7.51", Longitude 6°35'20.01"E et d'une altitude moyenne de 255m.

Elle est caractérisée par un climat méditerranéen (hiver humide et frais et un été sec et aride).

2.2.3. Minéralisation

Le gisement de Sidi Kamber est constitué par une série de filons à minéralisation sulfurée (galène (PbS), la sphalérite (ZnS), Pyrite-marcasite) ainsi que la barytine et les minéraux de gangued.Le minerai extrait est composé de huit veines de quartz majoritairement encaissé dans des formations de gneiss et granulite (Boutaleb et al, 2017; Issaad et al, 2019).

2.2.4. Traitement

A l'an 1966 La galène « PbS » a été traitée par séparation gravimétrique ,tandis que la sphalérite « ZnS » par flottation, en 1976 la production du plomb et zinc a pris fin pour se focaliser sur l'exploitation de la baryte, mais cette dernière ainsi que toute autre exploitation a Sidi Kamber ont été abandonnées depuis 37 ans d'aujourdh'ui (Issaad et al 2019).



Figure 29: Localisation géographique de la mine de Sidi Kamber

3. Prélèvements des échantillons

3.1. Site de Boucaid

À proximité de la laverie de Boucaid, on y trouve deux types de rejets, anciens issus du traitement du minerai zincifère et nouveaux provenant de la séparation gravimétrique de la baryte.

Le prélèvement a été effectué dans deux zones différentes où des échantillons composites ont été prélevés de quatre points d'échantillonnage dans chaque zone.

Zone 1 : Pour le prélèvement des rejets barytine.

Zone 2 : Pour le prélèvement des rejets zincifère.



Figure 30: Projection points d'échantillonnage (Site de Boucaid).

Zone	Point	Longitude	Latitude	L'altitude
	d'échantillonnage			
	Ech 1.1	35°53'26"N	1°36'57"E	1106 m
N°1	Ech 1.2	35°53'26"N	1°36'57"E	1107 m
	Ech 1.3	35°53'26"N	1°36'57"E	1105 m
	Ech 1.4	35°53'26"N	1°36'57"E	1108 m
	Ech 2.1	35°53'28"N	1°36'53"E	1095 m
N°2	Ech 2.2	35°53'28"N	1°36'53"E	1097 m
	Ech 2.3	35°53'28"N	1°36'53"E	1094 m
	Ech 2.4	35°53'28''N	1°36'53"E	1096 m

Tableau	12:	Coordonnées	géographiques	des points	d'échantillonnages.
Labicau	14.	Coordonnees	geographiques	s des ponns	a contantinonnagos.




Figure 31 : Lieux d'entreposage des rejets barytine puis zincifère anciens respectivement



P1 : Points d'échantillonnage (Unité de Boucaid, Tissemsilt)

P2 : Points d'échantillonnage (Mine abandonnée de Sidi Kamber, Skikda)

Figure 32: localisation géographique des deux sites sur une même carte

3.2. Site de Sidi Kamber

Le prélèvement a été effectué principalement sur deux tas de rejets entreposés à l'air libre (un empilement de rejets bruts de flottation et un de rejets bruts de séparation gravimétrique).

Les points d'échantillonnages sélectionnés sont multiples, trois pour les rejets bruts de flottation et trois autres pour les rejets bruts de séparation gravimétrique.



Figure 33: Projection points d'échantillonnages (Site de Sidi Kamber).

Zone	Points	Longitude	Latitude
	d'échantillonnage		
	Ech 1.1	6°58'75''Е	36°71'81''N
N°1	Ech 1.2	6°58'76''E	36°71'84''N
	Ech 1.3	6°58'77''Е	36°71'80''N
	Ech 2.1	6°59'32''Е	36°71'57''N
N°2	Ech 2.2	6°59'30''Е	36°71'56''N
	Ech 2.3	6°59'28''Е	36°71'57''N

 Tableau 13 : Coordonnées géographiques des points d'échantillonnages.



4. Préparation des échantillons

Pour atteindre nos objectifs, une campagne d'échantillonnage a été effectuée du 14 au 28 mars 2021 durant laquelle (2) échantillons de Boucaid prélevés d'environ 11 kg chacun. Alors que les échantillons de Sidi Kamber ont été prélevés quelques mois avant. Une fois les échantillons prélevés et récupérés, ils sont transportés au laboratoire de génie minier de l'Ecole Nationale Polytechnique dans de bonnes conditions. Les échantillons ont été séchés à l'air libre pendant 5 jours et stockés. Ensuite, chaque échantillon a été homogénéisé et divisé en sous échantillons.

4.1. Echantillonnage

L'échantillonnage a pour objectif d'assurer la représentativité de l'échantillon en vue d'obtention de résultats proches du réel.

4.1.1. Le quartage : Méthode d'échantillonnage manuelle, elle consiste à former avec notre échantillon un tas conique, l'étalé en galette plate circulaire qu'on divisera sur quatre où deux quarts opposés seront pris comme échantillons témoins et deux autres seront combinés et utilisés dans les différents essais.



Figure 35: Schéma de l'opération de quartage

4.2. Préparation mécanique

Dans le but de réduire la granulométrie de nos échantillons à la dimension désirée, l'étape de préparation mécanique est nécessaire surtout pour les échantillons qui présentent une granulométrie grossière. Il est à noter que la préparation mécanique est un procédé permettant de libérer le ou les minéraux utiles, en les concentrant dans des tranches granulométriques, favorables à des traitements ultérieurs.

4.2.1. Concassage : Seuls les échantillons de la mine de Boucaid ont été concassés en raison de leur taille. Les concasseurs utilisés sont « Le concasseur a mâchoire de la marque Dragon SA type SE 35 » ainsi que « Le concasseur giratoire DENVER ».



Figure36: Concasseur a mâchoire

Figure 37 : Concasseur giratoire

4.2.2. Broyage : Une fois les échantillons concassés sont récupérés et dans le but d'avoir une granulométrie encore plus fine (exemple : le procédé de flottation exige une granulométrie <100 μ m pour un excellent rendement), on procède au broyage. Tous les échantillons ont été broyés et tamisés selon leurs usages futurs en respectant les paramètres suivants :

- Un rapport de 1/3 entre la masse broyée et la masse de la charge abrasive.
- Temps moyen de broyage est de 30 minutes

Deux types de broyeurs à boulets sont utilisés (bouletsen acier inox et boulets en céramique).



Figure 38 : Broyeur à boulets de type Figure 39: Broyeur à boulets en céramique M&O KA660T7104 (SEW USOCOME)

5. Caractérisation des échantillons

Pour en savoir d'avantage sur les échantillons qu'on dispose, différentes caractérisations ont été effectuées à savoir : caractérisation physique, chimique et minéralogique.

5.1 Caractérisation physico-chimique

5.1.1. Densité apparente (NF P 18-554)

C'est une propriété physique spécifique à chaque matériau, obtenue par le rapport masse d'échantillon par rapport à son volume apparent, pour la calculer, il faut tout d'abord peser un bécher vide et noter sa masse M1 puis le remplir par notre échantillon en formant avec nos mains un entonnoir à une hauteur aux alentours de 10 cm au-dessus du bécher, une fois ce dernier rempli, on l'arase à l'aide d'une règle très délicatement pour enlever le surplus puis noter après pesée la masse M2.

La densité est ensuite calculée selon la formule

ρ apparente = (M2 – M1) /V

(V: Volume du bécher utiliser)



Figure 40-41 : Détermination de la densité ρ apparente

5.1.2. Densité Absolue (p réelle) [norme : NFP 94-054]

C'est la densité dite réelle car elle prend en compte tous les pores du matériau. Pour sa détermination, nous utilisons la méthode du pycnomètre. D'abord, le pycnomètre est pesé vide avec son bouchon (m1), ce dernier est rempli d'eau et pesé de nouveau (m2), on y verse un matériau et on pèse une troisième fois, soit m3 sa nouvelle masse. Ensuite, on introduit 2/3 d'eau distillé du volume du pycnomètre pour éviter l'emprisonnement des bulles d'air et on laisse décanter. Après la décantation on complète avec de l'eau et on pèse de nouveau m4.

 $\mathbf{Dr} = \delta \mathbf{s} / \delta \mathbf{w}$

Dr = (m3 - m1) / (m2 + m3 - m4 - m1)

Avec: msolide = m3 - m1



Figures 42-43 : Détermination de la densité absolue

5.1.3. La porosité [norme : NF P94-410-3]

Chaque sol a une porosité particulière, cela est lié à son emplacement et à ses conditions de formation et d'exposition. La porosité "p", définie comme le rapport du volume des vides sur le volume total du sol (aussi appelé le volume apparent), permet aussi de caractériser les espaces entre les particules de sol. Dans les sols minéraux, la porosité varie entre 30 % et 60 %, alors que les tourbes peuvent présenter des porosités de près de 90 %.

Pour la mesurer au laboratoire, une masse de 50 g de notre échantillon sec est introduite dans une éprouvette graduée de 100 ml, on note le volume. L'échantillon est ensuite saturé avec de l'eau distillée, ce volume est le volume des pores.

La relation utilisée pour calculer la porosité totale (Pt) est comme suit :

Pt (%)= [(V0+V1) -V2 / V0]*100

Où :

V0 : Volume (50ml) de sol déshydraté

V1 : Volume (70ml) d'eau

V2: Volume sol + eau

5.1.4. Le Potentiel Hydrogène (pH) [norme : ISO 10390 :2005]

C'est un coefficient très significatif qui permet de déterminer l'acidité ou la basicité du matériau en question.

La préparation du mélange matériau et eau distillée s'effectue en respectant le rapport solide/liquide de 1/5, avec une opération d'agitation de 30 secondes et repos de 20 min (cette opération doit être répétée 3fois), pour enfin après les dernières 20 minutes de repos on

mesure le pH à l'aide d'un pH mètre de marque OHAUS modèle ST20 Avant de procéder à la mesure, il faut d'abord effectuer un étalonnage préalable (en utilisant des solutions tampons, du pH = 4, pH = 7 et pH =9). Il sera à effectuer dès que l'appareil est utilisé.



Figure 44 : Mesure du pH

5.1.5. Détermination de la teneur en eau [norme : NFEN 1097-5]

La quantité de liquide ou d'eau contenue dans le sol est variable dans le temps et dans l'espace. Sa caractérisation est importante et elle est définie par le rapport du poids de l'eau contenue dans un échantillon de sol sur le poids de l'échantillon sec. Elle est mesurée en pesant l'échantillon humide (*Wh*) puis le repeser après l'avoir placé dans l'étuve à 105° C (*Ws*).

Soit *W* = [*Wh*–*Ws* / *Ws*] x 100 (%)

Trois essais pour chaque échantillon ont été réalisés dans le but d'avoir une meilleure précision sur le paramètre calculé.

5.1.6. Analyse granulométrique [norme : NF-P 18-560]

L'analyse granulométrique a pour objectif de déterminer quantitativement la distribution des particules de sol par classes de diamètres et de fournir des fractions granulométriques pour les essais. Cette opération a été réalisée au moyen d'une série de tamis dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas et de dimensions comprises entre 10 mm et $63 \mu m$.

Les tamis sont sélectionnés suivant leurs mailles et sont choisis de sorte que la maille de chaque tamis doit correspondre à la maille du précédant multipliée par $\sqrt[3]{2}$ = 1,259.

La quantité d'échantillon suit la relation : 0.2* D <M<0.6*D (D : Diamètre maximal de l'échantillon en mm et M : Masse de l'échantillon à tamiser en kg), et le pourcentage de refus au niveau du premier tamis ne doit pas dépasser 5%. Le matériau étudié est versé en haut de la colonne de tamis et celle-ci entre en vibration à l'aide d'une tamiseuse de type RETSCH AS 200 (3 minutes pour chaque tamis).

La quantité choisie varie d'un échantillon à un autre mais avec respect de la relation ci-dessus, nous procédons après aux pesés des refus de chaque tamis et même le fond pour ensuite

déterminer les quantités des refus et passants cumulés pour tracer la courbe de l'analyse granulométrique qui présente en ordonnée : Pourcentage des tamisâts cumulés échelle arithmétique et en abscisses : Les ouvertures des mailles en échelle logarithmique. Une fois la courbe dessinée, nous déterminons les d₁₀,d₃₀ et d₆₀pour calculer les coefficients de courbure « Cc » et d'uniformité « Cu » qui permettront ensuite de pouvoir déterminer les caractéristiques de notre échantillon. Les formules sont présentées ci-après :

Coefficient d'uniformité :

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

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

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

Coefficient de courbure :

On le calcule afin de déterminer si la granulométrie est bien graduée (un sol est mal gradué si une fraction des grains prédomine). Le coefficient de courbure est donné par l'équation suivante ou le d_{30} représente le passant de 30% des échantillons :

$Cc = d^2_{30} / d_{60} x d_{10}$

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



Figure 45: Tamiseuse de type Retsch

6. Caractérisation chimique

6.1. Spectrométrie de fluorescence « FRX »

C'est une technique non destructive utilisée pour quantifier les compositions élémentaires de matériaux. L'échantillon est soumis à un rayonnement de faible longueur d'onde et donc de forte énergie, comme les rayons X, les atomes constituants le matériau subissent une ionisation, c'est-à-dire qu'un ou plusieurs électrons peuvent être éjectés des couches électroniques de chacun de ces atomes. Le spectre du matériau analysé est le tracé de l'intensité du rayonnement en fonction de l'énergie, généralement exprimée en électronvolts (eV) ou en longueur d'onde.



Figure 46 : Représentation schématique de la fluorescence X.

La fluorescence X permet d'obtenir plusieurs types d'informations :

- une information qualitative, avec les éléments dont la masse atomique est comprise entre 11 et 92 (Na jusqu'à U).

- une information quantitative, allant d'une détection de l'ordre du ppm à 100% de l'élément.

Pour analyser nos échantillons, nous avons utilisé l'appareil Niton XL3t GOLDD.



Figure 47 : XRF (en cours d'analyse)



Figure 48: Gamme de détection de la XRF Comparés aux autres méthodes

6.2. Spectroscopie d'absorption atomique « SAA »

La spectrométrie d'absorption atomique permet de quantifier les éléments métalliques en solutions. Lorsque qu'une énergie est fournie à un atome, ce dernier l'absorbe et adopte une configuration électronique appelée état d'excitation. Cet état est instable et l'atome retourne immédiatement à son état de base libérant ainsi une énergie lumineuse. Lors du procédé d'absorption atomique l'énergie fournie à l'atome provient d'une source lumineuse appelée lampe à cathode creuse. L'atome dans son état de base absorbe l'énergie lumineuse à une longueur d'onde spécifique et passe à un état d'excitation. Un détecteur mesure la quantité de lumière absorbée et un signal électronique est produit en fonction de l'intensité lumineuse. Ce signal est traité et la quantité d'analyte dans l'échantillon est déterminée en fonction de l'absorbance mesurée. Le contact entre les atomes et la source lumineuse est assuré par la cellule d'absorption. La cellule d'absorption est en fait une flamme générée par la combustion d'acétylène en présence d'oxygène. L'échantillon à analyser est aspiré par l'appareil et transformé en aérosol. La flamme atomise ensuite les éléments contenus dans l'aérosol et les place en travers du faisceau de la lampe à cathode creuse. La lampe à cathode creuse émet le spectre lumineux spécifique à l'élément analysé. La cathode et l'anode de la lampe sont composées uniquement de l'élément dont le spectre lumineux doit être produit. Un potentiel électrique est appliqué entre l'anode et la cathode, ce qui a pour effet d'ioniser le gaz contenu dans la lampe. Les ions de gaz vont ensuite entrer en collision avec la cathode, ce qui déloge des atomes métalliques. Ces atomes vont aussi entrer en collision avec les ions de gaz ce qui les fait passer à un état d'excitation. Ils retournent aussitôt à leur état de base ce qui produit l'énergie lumineuse désirée. L'appareil utilisé pour réaliser l'analyse est Contraa 800 (analytik jena Universal Lab)



Figure 49 : SAA contrAA 800 (en marche)

6.2.1. Mode opératoire

La courbe d'étalonnage est spécifique à chaque élément, la préparation des solutions étalons à introduire dans la SAA se fait comme suit (exemple : le Cd)

D'une solution concentrée du Cd à 1000 ppm, on prépare une première solution mère de 20 ppm, qu'on divisera sur 5 solutions filles.

Concentration Solution mère (ppm)			20		
Solutions filles	N°1	N°2	N°3	N°4	N°5
Concentration (ppm)	1	2	3	4	5

Tableau 1	4 ·	Concentrations	de	solutions	préparées
I unicuu I		Concontinuitono	uv	bolutions	propurces

Suite à la lecture de ces solutions filles l'appareil génère une courbe d'étalonnage automatique, illustrée ci-dessous



Figure 50 : Courbe d'étalonnage du cadmium

6.3. Photomètre a Flamme

Sachant que tout corps une fois chauffé à une température donnée émet une lumière photons (expliqué par le retour de l'électrons vers sa couche initiale), cela correspondra à des longueurs d'ondes spécifiques pour chaque élément chimique.

6.3.1. Principe : Une fois l'échantillon absorbé, ce dernier passant par un nébuliseur qui fonctionne par air comprimé se trouve évaporer et transmis à la flamme, la où les électrons sont excités et émissent des photons dans un filtre pour sélectionner les zones caractéristiques de l'atome étudié, pour après la lumière une fois arrivée à la cellule photoélectrique se transforme en signal électrique dont l'intensité serait mesurée et donnée sous format digitale.

Comme tout appareil, le photomètre à flamme nécessite un étalonnage correspondant à l'élément visé ou des solutions mères et filles seront préparées pour garantir une quantité suffisante à l'ensemble de mesures effectuées, sachant que le flux enregistré par l'appareil se compose non seulement du flux émis par l'échantillon mais d'un autre flux (de la flamme), ce dernier est réglable et peut être mis à la valeur zéro à l'aide de l'eau distillé comme échantillon, une fois l'appareil prêt on place le filtre sur l'élément qu'on souhaite analysé (Ba dans notre cas), on introduit tout d'abord les différentes solutions filles préparés allant de la plus concentré et notons a chaque mesure l'indication qui correspond, pour après faire passer notre échantillon en question et noter la valeur enregistré, un rinçage fréquent du dispositif de pulvérisation à l'aide d'eau déionisée entre les essais est conseillé.

L'appareil utilisé est le photomètre a flamme Jenway PFP 7.



Figure 51 : Schéma du photomètre a flamme.



Figure 52 : Photomètre a flamme PFP 7

7. Caractérisation minéralogique

7.1. Diffraction aux rayons X (DRX)

C'est une technique d'analyse idéale pour l'étude de matériaux poly-cristallins car elle identifie les différentes formes ou dispositions cristallographiques présentent dans notre échantillon.

Les rayons X sont une forme de rayonnement électromagnétique avec une longueur d'onde du même ordre de grandeur que les distances entre atomes dans la matière (0.01 - 10 nanomètres). Lors de leur interaction avec la matière, ils vont être diffusés par les atomes qu'ils rencontrent. Ces rayons X diffusés vont interférer entre eux ; et si les atomes sont ordonnés ou positionnés à des intervalles réguliers comme dans les cristaux, ces interférences vont être constructives dans certaines directions et destructives dans d'autres. C'est le phénomène de diffraction.

Tout échantillon cristallisé peut être analysé par diffraction des rayons X et à chaque phase cristalline correspond un ensemble caractéristique de pics de diffraction encore appelé diffractogramme. Cette signature unique permet l'identification des différentes phases présentes dans le même échantillon. Le diffractogramme obtenu représente l'intensité du rayonnement diffracté en fonction des angles de diffraction. La position des raies dépend des dimensions de la maille élémentaire alors que l'intensité dépend de l'arrangement des atomes.



Figure 53: Schéma de principe de la diffraction aux rayons X

7.2. Microscope électronique à balayage « MEB »

Dans un Microscope Électronique à Balayage, un faisceau électronique balaye la surface d'un échantillon. L'interaction électron-matière génère alors plusieurs types d'émissions, comme le montre le schéma simplifié ci-dessous. Les électrons secondaires permettent d'imager la surface de l'échantillon, avec un contraste topographique. Les électrons rétrodiffusés donnent une image avec un contraste chimique sur une surface plane. Par contre les photons X rendent possible l'analyse chimique en Spectroscopie à Dispersion d'Énergie (EDS).



Figure 54: Schéma explicatif du fonctionnement du MEB

7.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier « FTIR »

Une technique d'analyse de solides, liquides ou gaz, ou une fois les molécules de l'échantillon sont soumises aux rayons IR peuvent suivre deux oscillations (une selon la longueur de liaison qu'on nomme vibration d'élongation) et une selon l'angle de liaison (vibration de déformation), en effet c'est qu'une fois les fréquences des rayonnements IR correspondent aux fréquence de vibration de la molécule ou d'une partie de cette dernière. Une fois les rayonnements correspondant sont absorbés par la molécule, un spectre IR des radiations absorbé fait l'objet d'étude pour déterminer et analyser dans ce dernier les groupes fonctionnels que contient la molécule.

L'appareil utilisé pour réaliser l'analyse « FTIR » est Cary 630 FTIR de Agilent Technologies



Figure 55 : Schéma des différentes vibrations sous radiation IR



Figure 56: Appareil Cary 630 FTIR

8. Essais de désulfuration

8.1. Flottation

La flottation est une technique d'enrichissement des minerais, la vitesse diffère d'un minerai à un autre selon l'indice de flottabilité, le nombre et dimensions des bulles d'air et la solidité de la mousse.

Elle consiste à broyer le minerai avec une libération choisie. Les particules sont ensuite mises en suspension dans l'eau sous forme d'une pulpe dans laquelle est injecté l'air. Il est à signaler que la flottation diffère d'un minerai à un autre selon l'hydrophobie ou l'hydrophilie de ce dernier. Les minéraux hydrophobes adhèrent aux bulles de gaz et remontent à la surface, le plus souvent grâce à l'intervention des réactifs chimiques connus sous l'appellation des collecteurs. Ilssont capables de rendre sélectivement les minéraux hydrophobes et aérophiles.

En fonction du caractère hydrophobe ou hydrophile des minéraux à flotter, nous obtenons un concentré riche en minéraux utiles (dans notre cas ces des sulfures) et des rejets pauvres (désulfurés) (Benzaazoua et al., 2000).

8.1.1. Résumé du protocole

Une fois que le résidu est broyé, certains réactifs chimiques sont ajoutés afin de s'adsorber à la surface de certains minéraux pour assurer la sélectivité de ce procédé.

Nous procédons d'abord au broyage et tamisage de nos échantillons pour préparer des fractions de 375g avec une granulométrie <100 dans le but d'assurer un bon rendement du processus.

La cellule **« Denver » de type O12** avec capacité de 1.5 l a été utilisée avec une vitesse de 1300 rpm en respectant un rapport solide/liquide de 1/3 (les essais ont été effectués en utilisant l'eau du robinet). Après chaque essai de flottation, les deux concentrés de la flottation principale et celle de contrôle ainsi que le rejet sont filtrés à l'aide d'une pompe puis séchés dans une étuve à 105°C.

D'après notre recherche bibliographique et la disponibilité des réactifs au laboratoire de notre département, les réactifs sélectionnés sont résumés dans le tableau15, Le procédé débute par une stabilisation de la pulpe durant 10 minutes, puis l'ajout des réactifs chimiques suivant cet ordre (Activant, Collecteur, Moussant). Le temps de conditionnement de chaque réactif est fixé pour tous les essais de flottation, il en est de même pour la durée de flottation. On récupère l'écume formée à la surface, pendant 5 min, correspondant à une flottation principale et/ou de contrôle.

8.1.2. Cas d'échantillons de Boucaid

	Réactif	Rôle	Temps d'agitation avec la	Solution
Désulfuration			pulpe	
par flottation	Xanthate	Collecteur	5min	30%
des rejets de	(CH ₃ CH ₂ OCS ₂ Na)			
Boucaid	Sulfate de cuivre	Activant	5min	10%
	(CuSO4)			
	Huile de pin	Moussant	1 min	

Tableau 15 : Réactifs utilisés pour la flottation des rejets de Boucaid

Tableau 16 : Différentes concentrations de réactifs utilisés pour les 5 essais de chaqueéchantillon.

Numéro	CuSO ₄ (g/t)	Xanthate (g/t)	Moussant (g/t)
1	100	300 / 100	50
2	100	200 / 50	50
3	100	100 / 50	50
4	0	100 / 50	50
5	0	200 / 50	50

8.1.3. Cas d'échantillons de Sidi Kamber

Tableau 17 : Réactifs utilisés pour la flottation des rejets de Sidi Kamber

	Réactif	Rôle	Temps d'agitation avec la pulpe	Solution
Désulfuration par flottation	Xanthate (CH ₃ CH ₂ OCS ₂ Na)	Collecteur	5 min	30%
des rejets de Sidi Kamber	Sulfate de cuivre (CuSO ₄)	Activant	5 min	10%
	Huile de pin	Moussant	1 min	
	La chaux	Régulateur		10%
		de pH		

Pour les échantillons de Sidi Kamber, nous avons appliqué le même mode opératoire utilisé précédemment avec les rejets de Boucaid, la différence réside dans l'ajout du régulateur du pH jusqu'à arriver à un pH entre 10 et 11 et le temps de flottation de contrôle qui a passé de 3 à 5min.

Numéro	CuSO4 (g/t)	Xanthate (g/t)	Moussant (g/t)
1	200	100 / 50	50
2	200	200 / 100	50
3	200	300 / 100	50
4	0	100 / 50	50
5	0	200 / 100	50

Tableau 18 : Différentes concentrations de réactifs utilisés pour les 5 essais de chaque échantillon.



Figure 57 : Flottation principale des rejets zincifères de Sidi Kamber

8.2. Séparation Gravimétrique

La désulfuration environnementale par séparation gravimétrique s'appuie sur la séparation des sulfures suite à la différence de densité des particules.

Nous avons utilisé pour notre cas la table à secousses de type KHD Humboldt Wedag (une Labor Schnellstoßherd MN 936/3). Cette table est munie de riffles parallèles à sa longueur, alimentée par une pulpe à un de ses coins. Elle fournit un concentré à l'extrémité opposée à celle de l'alimentation. Généralement, l'alimentation en eau se fait perpendiculairement aux riffles.

Nous distinguons quatre zones :

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

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

Zone3 : des particules mixtes mélangées à quelques particules légères.

Zone4 : zone des particules légères.

Pour les classes granulométriques, nous avons choisi pour les échantillons de Boucaid la fraction (100 μ m et 10mm) et la classe (125 μ m et 1.6mm) pour les rejets de Sidi Kamber. Des essais à blanc ont été effectués afin de déterminer le débit d'eau optimal débit (Q= 12 1/min).

Nous avons réalisé quatre essais pour les 4 échantillons étudiés (La prise d'essai est de 400 g).



Figure 58 : Séparation gravimétrique par table à secousses

Les particules lourdes (sulfurés) migrent vers le coin opposé de l'introduction d'échantillon et les plus légères passent au-dessus des rifles. Après récupération des concentrés sulfurés/rejets, ces derniers sont laissés décanter puis séchés dans une étuve à 105°.

8.3. Biolixiviation

8.3.1. Isolement des bactéries

8.3.1.1. La préparation du milieu de culture 9K

Tableau 19 : Réactifs et leurs concentrations utilisé dans la préparation du milieu 9K

Réactifs	(NH ₄)PO ₄	KH ₂ PO ₄	MgSO ₄ +7H ₂ O	Kcl	Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O	FeSO ₄ .7H ₂ O
g/l	3	0.5	0.5	0.1	0.01	44.2

Les 5 premiers réactifs sont mélangés avec 500ml d'eau distillée pour ensuite subir un autoclavage à 121°C pendant 15min. Le sulfate ferrique hydraté FeSO4.7H2O est mélangé avec 500ml d'eau distillée sans autoclavage, la solution est ensuite filtrée par un filtre seringue de 45 μ m. Les deux solutions, sont mélangées et le pH a été ajusté à 1.8 à l'aide de la solution d'acide sulfurique.

Nous avons préparé en parallèle un échantillon composite issu de Sidi Kamber (5g de rejets de flottation et 5g de rejets de gravimétrie) <100um.

Trois solutions ont été préparées, elles sont composées de 100ml du milieu 9K et de 10 grammes d'échantillon composite.

Ces erlenmeyers sont soumis à une agitation à 150 rpm et incubés à 32°c dans un incubateuragitateur de OHAUS



Figure 59 : Incubation pour l'isolement de bactéries

Des mesures quotidiennes de pH, Eh, Od et DO sont effectués.

8.3.1.2. Lancement des essais

Au bout d'une semaine d'isolement et quand les bactéries atteignent la phase exponentielle de croissance ; traduite par le virage de la couleur du milieu 9K du vert clair au rouge rouille, la désulfuration par le biais de bactéries, la culture est centrifugée pendant 30min à 3500 rpm.

Le culot est récupéré et les bactéries du mélange sont resuspendues dans le milieu 9K (100 ml), dans 4 autres erlenmeyers, l'ensemble est incubé pendant 30min a 32°c puis filtré à 0.45μ m pour enfin lancer tous les essais à 150rpm et T=32°.

Ce mélange correspond à une mixture de bactéries dont les exigences de croissance sont assurées par la composition du milieu 9K et les conditions de culture utilisées.



Figure 60 : Mesure Du potentiel redox dissous



Figure 62 : Mesure de la densité optique par un Figure 63 : Centrifugeuse (TypeSigma) Spectrophotomètrede type DR2800



Figure 61 : Mesures du pH et Oxygène





Figure 64 : Milieu 9K

8.4. Etude du comportmeent géochimique des rejets

8.4.1. Essais statiques

8.4.1.1. Pouvoir neutralisant « PN »

Le « PN » d'un solide représente sa capacité à neutraliser les acides générés lors de l'oxydation des sulfures, exprimé par kg $CaCO_3/t$.

La méthode est expliquée ci-après :

Trois solutions ont été préparées :

Solution $N^{\circ}1$: Hcl 25%, Solution $N^{\circ}2$: Hcl 1N, Solution $N^{\circ}3$: NaOH 0.1 N

On procède comme suit :

Réaction pendant 24h sous agitation magnétique d'une quantité de 2g d'échantillon broyé à 250 μ m, avec une solution Hcl 1N qu'on déterminera suivant le test d'effervescence (le test de FIZZ).

Le test de FIZZ consiste à verser une quantité de Hcl 25% sur un échantillon déposé sur un verre de montre, l'effervescence observée permet de déterminer la quantité Hcl 1N à utiliser.

Tableau 20 : Quantité de Hcl à ajouter selon l'intensité du pétillement de la réaction de FIZZ

Réactivité FIZZ	T=0h	T=2h
aucune	1	1
Légère	2	1
Modéré	2	2
Forte	3	2

A t=0h

Dans un erlenmeyer de 250 ml, les 2g d'échantillon sont mélangés avec une quantité de Hcl 1N (déterminée par test de FIZZ) avec 90ml d'eau distillée, le système est mis ensuite sous agitation.

A t=2h

Un autre volume de Hcl 1N obtenu par le test FIZZ est ajouté à la solution, laisser sous agitation jusqu'à t =22h

A t= 22h

Mesure du pH à l'aide d'un pH- mètre :

<u>Si :</u>

pH<2, l'essai est à refaire car la quantité HCL ajoutée a t=0 et t=2h était très élevée.

2<pH<2.5, on continu l'agitation jusqu'à 24 h

pH>2.5 on ajuste le pH entre l'intervalle 2.0 à 2.5 à l'aide d'un volume mesuré de Hcl 1N

qui est noté, puis on continue l'agitation jusqu'à 24h.

A t=24h

Une quantité d'eau distillée est ajoutée jusqu'à 125ml et un titrage avec du NaOH 0.1 N est effectué jusqu'à arriver à un pH de 8.3.

A la fin de l'essai, le PN est calculé :

PN= [(N Hcl* V Hcl) - (N NaOH*VNaOH)]/ m *50

NHcl : Normalité de HCL en mol/l

V Hcl : Volume total

N NaOH : Normalité de NaOH en mol/l

VNaOH : Volume totale de NaOH ajouté en ml

m: masse de l'échantillon testé lors de l'expérience

50 : facteur stœchiométrique de conversion d'unité

8.4.1.2. Potentiel acidogène « PA »

Le minerai/rejet est classé selon son pouvoir neutralisant ou son potentiel acidogène, si après calculs, nous concluons que son potentiel acidogène est plus important que son pouvoir neutralisant, il est classé comme acidogène, son PA est calculé comme suit :

 $PA = S_{sulfures} x 31.25, S :$ Pourcentage de soufre sous forme de sulfures (%)

31,25 est le facteur de conversion stœchiométrique.

NB : Par manque de moyen, le PA a été calculé en se basant sur la mesure du soufre total.



Figure 65 : Titrage pour un pH de 8.3



Figure 66: Titrage avec du NaOH



Figure 67 : Ajustement du pH entre 2 et 2.5



Figure 68: Préparation des solutions



Figure 69: Mesure de la conductivité des lixiviats par un conductimètre de type OHAUS ST 20 C-A.

8.4.2. Essais cinétiques

Dans le but de s'approcher du comportement réel des rejets, de donner plus de détails sur l'aspect quantitatif des lixiviats et pour confirmer la prédiction faite par les essais statiques, les essais cinétiques sont lancés.

8.4.2.1. Mini cellules d'altération « Méthode de Cruz et al. (2001) »

C'est un essai cinétique à petite échelle avec une mise en œuvre facile. Il nécessite une petite quantité d'échantillon.

Une quantité d'échantillon (67g) est introduite dans un entonnoir Buchner, sur un papier filtre de $0.45\mu m$, l'ensemble est placé sur un support sous lequel est placé un erlenmeyer sous vide de 250 ml pour récupérer l'eau de lixiviation.

Deux lixiviations par semaine sont effectuées (tous les 3 et 6 jours en alternance). Au cours de celles-ci, une quantité de 50 ml d'eau distillée est introduite dans la mini-cellule et reste en contact avec les rejets. L'eau est ensuite récupérée pour les analyses. Les paramètres électrochimiques pH, potentiel redox et conductivité sont mesurés après 3h du rinçage. Une analyse chimique par « SSA » a été effectuée pour déterminer la concentration des métaux (Zn, Pb, Fe, Ba et Cd).



Figure 70: Préparation du dispositif des Mini cellules d'altération



Figure 71 : Les essais en mini cellules d'altération



Figure 72 : Préparation d'échantillon pour MCA (pesée de 67g)

Les essais en mini cellules d'altération ont été réalisés sur 3 types d'échantillons à savoir :

- Echantillons avant désulfuration (sans préparation préalable)
- Echantillons après désulfuration (Traités par flottation)
- Echantillons après désulfuration (Traités par séparation gravimétrique)

Les échantillons utilisés pour les essais sont :

- 1- Echantillon B.Ba et 2- échantillon B.Zn de BOUCAID
- 2- Echantillon SKG et 4- échantillon SKF de SIDI KAMBER

Au final, nous avons réalisé 12 essais en mini cellules d'altération

Tableau 21 : Nombre d'essais en mini cellules d'altération

Essais	Avant Désulfuration	Désulfuration« flottation »	Désulfuration« S-Gravimétrique »
en	4	4	4
MCA			

8.4.2.2. Essais en cellules humides « norme ASTM D 5744-96, 1998 ; 2007 »

C'est l'essai cinétique le plus fiable et rentable normé par l'ASTM, sa mise en œuvre est facile mais elle nécessite l'intervention régulière des manipulateurs, il exige un rapport solide/liquide de 1/1 (dans la majorité des cas 1kg d'échantillon est rincé par 11 d'eau déionisée),

Les essais sont effectués dans des cellules faites de PVC d'une hauteur de 20 cm et d'un diamètre de 10 cm, le système est recouvert par un couvercle avec deux trous perforés (1 pour le contact avec l'air ambiant ainsi qu'au rinçage et un autre pour l'arrivée d'air saturé en humidité). Un papier filtre de 0.45 μ m est placé sur une plaque perforée a été posé au fond des cellules pour empêcher la migration des particules (Figure 72)

Après la journée du rinçage, le dispositif est exposé à deux cycles (le premier de trois jours avec un cycle d'air sec ou ambiant et le deuxième cycle de 3 jours avec un air saturé en humidité), le système dispose d'un robinet ouvert pour récupérer les lixiviats et les analyser. Les paramètres mesurés sont : le pH, le potentiel redox Eh, la conductivité et la concentration en métaux (Zn, Pb, Fe, Ba et Cd).

Notons que taux d'humidité est surveillé à l'aide d'un dessiccateur.



Figure 73 : Dispositif d'essais en cellules humide pendant le cycle humide

Pour ces essais en CH cinq échantillons ont été sélectionnés (4 issus de la désulfuration par flottation) et un autre issu de la désulfuration par séparation gravimétrique (échantillon Ba-Pb).



Figure 74 : Mesure d'humidité

Tableau 22 : Nombre d'essais en mini cellules humides

Essais en CH	Avant Désulfuration	Désulfuration« flottation »	Désulfuration« S-Gravimétrique »
	0	4	1

9. Valorisation des rejets

En vue d'une nouvelle approche d'utilisation des rejets (Valorisation) pour un enjeu économique et environnemental, nous avons pris l'initiative de confectionner différents bétons avec nos échantillons.

9.1. Confection du Béton [Norme NF EN 206-1]

Le béton est obtenu par mélange d'un liant d'une grande finesse (le ciment), de granulats de nature, de formes et de dimensions variées (0-15mm), d'eau (de gâchage) et du sable(1-8mm)

Dans un premier lieu le sable est remplacé par les quatre échantillons étudiés (B.Ba, B.Zn, SKG et SKF), avec un rapport E/C = 0.5 le béton normal peut être créer, allant a des valeurs du rapport supérieur à 0.5 il a tendance à se fragiliser et résultera un mauvais béton.

(Avec E : quantité d'eau de gâchage et C : quantité de ciment utiliser).

Une fois les ingrédients introduits, à l'aide d'un malaxeur on mélange le tout, l'eau est ajoutée en petite quantité, pour une durée d'environ 10min, le mélange prêt serai déverser dans une éprouvette pendant 24h pour être démolis et émerger dans un bac a eau, les essais de compression sont prévus pour le 7eme et 14eme jour après confection.

En second lieu un essai sur B.Ba pour la confection d'un béton lourd a été réalisé(ou cette fois le sable a été préservé comme ingrédient, il s'agit de la même composition d'un béton normal sauf pour l'ajout du rejet B.Ba finement broyé < 100 un où il est mélangé au ciment préalablement) avec un rapport (E/C = 0.5).

Ainsi que des essais de confection de béton ordinaire, utilisés comme référence.



Figure 75: Ingrédients après pesée pour une confection de béton



Figures 76 -77 : Remplissage et démantèlement de l'éprouvette.



Figure 78 : Malaxage des ingrédients



Figure 79 : Immersion après démantèlement



Figure 80 : Essai de compression d'un béton

Compression les	- Channel 1			
Test no.: 184 kN 20000 243.0 MPa 243.0 mm ² 10000 10000.0 MPa/s 0.500	* TEST COMPL	ETED :	1 2 abc 9hi 5 7 pqr 5 9	3 def 6 mno 9 exyz
	EXP = 0.0 EH, 0.0 EFC	909 945 83:43:48 13/82/2884	Entr	

Figure 81 : Mesure de la résistance à la compression

Chapitre 3 :

Résultats et Discussions

1.Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats de différentes expérimentations effectuées durant cette étude. D'abord, les propriétés physico-chimiques, chimiques et minéralogiques de tous les échantillons. Par la suite, les résultats des essais de désulfuration et enfin les résultats des tests statiques et cinétiques ainsi que les essais de valorisation.

2. Caractérisation physico-chimique

2.1. Densité apparente (p apparente)

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant.

Tableau 23 : résultats de mesure de la densité apparente des rejets de Boucaid (Barytine et zincifère) et des rejets de Sidi Kamber (séparation gravimétrique et flottation).

Echantillon	B.Ba	B.Zn	SKG	SKF	
M1(g) Becher vide	253	253	253	253	
M2(g)	2010	1942	1798	1617.5	
$\rho_{apparente}$ (g/cm3)	1.59	1.53	1.40	1.24	

La densité apparente est calculée par la relation suivante :

ρ apparente = (M2-M1) / V, avec V (volume du bécher)= 1100 cm³

Les résultats ont démontré que la densité apparente des échantillons de Boucaid varie entre (1.59 et 1.53 g/cm³) alors que ceux de Sidi Kamber entre (1.40 et 1.24 g/cm³).

2.2. Densité absolue (p réelle)

Les résultats sont exprimés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 24 : résultats de mesure de la densité absolue des rejets de Boucaid (Barytine et zincifère) et des rejets de Sidi Kamber (séparation gravimétrique et flottation).

Echantillon	B.B a	B.Zn	SKG	SKF		
M1 (g) pycnomètre vide	32	32	32	32		
M2 (g)	84	84	84	84		
M3 (g)	60	58	55	51		
M4 (g)	101.5	98.5	100	96		
$\rho_{absolue}$ (g/cm3)	2.66	2.26	3.28	2.71		

Avec $Dr = \delta s / \delta w$ et Dr = (m3 - m1) / (m2 + m3 - m4 - m1), pour une m solide = m3 - m1

Nous observons que les densités des échantillons de Boucaid varient entre (2.26 et 2.66 g/ cm³) et de Sidi Kamber varient entre (2.71 et 3.28) g/cm³, ce sont des valeurs inférieures à celles des densités réelles des minéraux (environ 45%) notons que (ρ_{Ba} = 4.50 et ρ_{Zn} = 7.13 g/cm³). Ceci revient au fait que nos échantillons sont des rejets de traitement de différentes provenances.

Nous constatons que l'écart entre les deux densités apparente et absolue est grand, cela est expliqué au fait que cette dernière prend en compte les vides inter-granulaires

2.3. Porosité (Pt%)

Les résultats sont recensés dans le tableau ci-après :

Echantillon	B.Ba	B.Zn	SKG	SKF		
Vo (ml)	50	50	50	50		
V1 (ml)	70	70	70	70		
V2 (ml)	86	85	88	83		
Pt %	68	70	64	74		

Tableau 25 : Valeurs de la porosité totale

Pour son calcul, nous utilisons la formule suivante : Pt(%) = (V0+V1)-V2 / Vo *100

Les valeurs de la porosité des rejets de Boucaid sont relativement importantes avec 68% et 70% pour B.Ba et B.Zn respectivement, de même pour les échantillons SKG et SKF qui sont de 64% pour SKG et 74% pour SKF.

2.4. Potentiel d'hydrogène (pH)

Les valeurs sont résumées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 26 : Valeurs du pH

Echantillon	B.Ba	B.Zn	SKG	SKF	
pН	7.72	6.84	4.77	3.15	

Les résultats des mesures de ce potentiel ont conclu que pour les échantillons de Boucaid, le pH est proche de la neutralité, cela est expliquée par l'abondance de carbonates dans ces derniers alors que pour ceux de Sidi Kamber le pH est extrêmement acide, suite à l'oxydation d'une grande quantité de sulfures générateur d'acide.

2.5. Teneur en eau

Les résultats sont présentés dans le tableau 27

Ech	B.Ba			B.Zn			SKG			SKF		
N°	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Wh	51.94	52.36	43.08	82.85	80.86	44.38	62.27	64.23	69.70	44.20	48.30	55.91
Ws	50.77	51.28	42.30	73.60	69.42	41.60	44.45	42.10	46.80	29.85	29.10	30.40
W	2.3	2.10	1.84	12.56	16.47	6.68	40.08	52.56	48.93	48.07	65.97	83.91
%												
W%	2.08 11.90			47.19			65.98					

Nous avons enregistré de faibles teneurs en eau dans les échantillons de Boucaid tandis que pour les rejets de Sidi Kamber, les teneurs en eau dépassent 60 %.
2.6. Analyse granulométrique

Les tableaux et courbes granulométriques de cette analyse sont résumés ci-dessous.

Diamètre 🛚 🕿	Refus(g)	Refus cumulés	Refus cumulés	Tamisât
(mm)		(g)	(%)	cumulés (%)
(> 10)	0	0	0	100
(-10+8)	1	1	0.04	99.96
(-8+5)	10	11	0.52	99.48
(-5+3.15)	112	123	5.85	94.15
(-3.15+2.5)	235.2	358.2	17.05	82.95
(-2.5+1.6)	459.9	818.1	36	61.05
(-1.6+1)	100	918.1	43.71	56.29
(-01+0.8)	314.8	1232.9	58.70	41.30
(-0.8+0.5)	210.1	1443	68.71	31.29
(-0.5+0.315)	122.3	1565.3	74.53	25.47
(-0.315+0.250)	77.5	1642.8	78.22	21.78
(-0.250+0.160)	48.2	1691	80.05	19.95
(-0.160+0.100)	15	1706	81.23	18.77
(-0.100+0.080)	98	1804	85.90	14.10
(-0.080+0.063)	190.2	1994.2	94.96	5.04
Fond (< 0.063)	103	Tot= 2097.2	Perdu= 2.8 gr,	< 2% (résultat
			accep	table)

Tableau 28 : Résultat de l'analyse granulométrique de l'échantillon B.Ba

Tableau 29: Résultat de l'analyse granulométrique de l'échantillon B.Zn

Diamètre 🕿	Refus(g)	Refus cumulés	Refus cumulés	Tamisât
(mm)		(g)	(%)	cumulés (%)
(> 10)	0	0	0	100
(-10+8)	0	0	0	100
(-8+5)	1	1	0.084	99.91
(-5+3.15)	11.1	12.1	1.025	98.97
(-3.15+2.5)	38.4	50.5	4.27	95.73
(-2.5+1.6)	199.7	250.2	21.20	78.80
(-1.6+1)	134.2	384.4	32.57	67.43
(-01+0.8)	70.1	454.5	38.51	61.49
(-0.8 +0 .5)	226.9	681.4	57.74	42.26
(-0.5+0.315)	107.3	788.7	66.83	31.17
(-0.315+0.250)	266.8	1055.5	89.44	10.56
(-0.250+0.160)	85	1140.5	96.65	3.35
(-0.160+0.100)	26.9	1167.4	98.93	1.07
(-0.100+0.080)	4.1	1171.5	99.27	0.73
(-0.080+0.063)	0.5	1172	99.32	0.68
Fond (< 0.063)	1.1	Totale récupérés	Totale Perdu=	$= 6.9 \mathrm{gr}, < 2\%$
		= 1173.1 gr	(résultat a	cceptable)

Diamètre 👓	Refus (g)	Refus cumulés	Refus cumulés	Tamisât
(mm)		(g)	(%)	cumulés (%)
(> 10)	10	10	0.52	99.48
(-10+8)	45.9	55.9	2.94	97.06
(-8+5)	188.7	244.6	12.87	87.13
(-5+3.15)	264.2	508.8	26.77	73.23
(-3.15+2.5)	147.9	656.7	34.56	65.44
(-2.5+1.6)	256	912.7	48.03	51.97
(-1.6+1)	247.6	1160.3	61.06	38.94
(-01+0.8)	80.3	1240.6	65.29	34.71
(-0.8+0.5)	182	1422.6	74.87	25.13
(-0.5+0.315)	125.1	1547.7	81.45	18.55
(-0.315+0.250)	68.8	1616.5	85.07	14.93
(-0.250+0.160)	115.9	1732.4	91.17	8.83
(-0.160+0.100)	53	1785.4	93.96	6.04
(-0.100+0.080)	25.5	1810.9	95.31	4.69
(-0.080+0.063)	38.3	1849.2	97.32	2.68
Fond (< 0.063)	20.3	Totale récupérés	Totale Perdu =	= 30.5 gr < 2%
		= 1869.5 gr	(résultat a	cceptable)

Tableau 30 : Résultat de l'analyse granulométrique de l'échantillon SKG

Tableau 31 : Résultat de l'analyse granulométrique de l'échantillon SKF

Diamètre 👁	Refus(g)	Refus cumulés	Refus cumulés	Tamisât
(mm)		(g)	(%)	cumulés (%)
(> 10)	1.84	1.84	0.18	99.82
(-10+8)	0	1.84	0.18	99.82
(-8+5)	0.52	2.36	0.24	99.76
(-5+3.15)	1.14	3.49	0.35	99.65
(-3.15+2.5)	0.83	4.32	0.43	99.57
(-2.5+1.6)	1.80	6.12	0.61	99.39
(-1.6+1)	1.66	7.78	0.77	99.22
(-01+0.8)	5.42	13.20	1.32	98.68
(-0.8 +0 .5)	45.18	58.38	5.84	94.16
(-0.5+0.315)	354.35	412.73	41.27	58.73
(-0.315+0.250)	202.73	615.46	61.55	38.45
(-0.250+0.160)	219.89	835.35	83.54	16.46
(-0.160+0.100)	108.34	943.69	94.37	5.63
(-0.100+0.080)	28.79	972.48	97.25	2.75
(-0.080+0.063)	16.33	988.81	98.88	1.12
Fond (< 0.063)	1.64	Totale récupérés	Totale Perdu =	= 9.55 gr < 2%
		= 990.45 gr	(résultat a	cceptable)





Echantillon	B.Ba	B.Zn	SKG	SKF
d ₁₀ (mm)	0.072	0.23	0.16	0.16
d ₃₀ (mm)	0.43	0.30	0.63	0.25
d ₆₀ (mm)	1.43	0.77	2.15	0.4
Coefficient d'uniformité	19.86	3.34	13.43	2.5
$Cu = d_{60} / d_{10}$				
Coefficient de courbure	1.79	0.50	1.15	0.98
$Cc = d_{30}^2 / (d10 \times d60)$				

Tableau 32 : Coefficient de courbure et d'uniformité des échantillons

D'après l'analyse granulométrique et les valeurs des coefficients de courbure et d'uniformité des rejets, nous constatons que les échantillons B.Ba et SKG ont un coefficient de courbure de (1 < Cc < 3) et (13 < Cu < 19); les rejets sont donc bien gradués avec une granulométrie semi-étalée. En ce qui concerne B.Zn et SKF, ils ont un (Cc < 1) et (2 < Cu < 5) le rejet est dit mal gradué avec une granulométrie serrée. De plus, nous remarquons une importante quantité de fines pour les rejets B.Ba comparés aux autres.

3. Prédiction des rejets miniers

3.1. Essai statique

Le protocole modifié de (Lawrence et Wang, 1996) utilisé a donné les résultats suivants détaillés dans le tableau.

Echantillon	B.Ba	B.Zn	SKG	SKF
t = 0 h	2	3	1	1
Volume de Hcl (1N)				
ajouté en (ml)				
t=2 h	1	2	1	1
Volume de Hcl (1N)				
ajouté en (ml)				
t=22 h	6.65	3.7	2.07	2.01
Volume de Hcl (1N)				
ajouté en (ml)				
t=24 h	10.9	15.6	15.18	25.4
Volume de NaOH (0.1N)				
ajouté en (ml)				
PN (kg CaCO ₃ /t)	214	178.50	63.8	36.75
PA (kg CaCO ₃ /t)	46.21	44.18	63.12	86.87
PN/PA	4.63	4.04	1.01	0.42
PN-PA	167.79	134.32	0.68	-50.12

Tableau 33 : Résultats des essais statiques



Figure 83 : Projection du PA et PN de tous les échantillons.

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que les valeurs du pouvoir neutralisant sont très différentes, élevées pour les rejets de Boucaid, atteignant 214 (kg CaCO₃/t) et faibles pour les rejets de Sidi Kamber avec une valeur minimale de 36.75 (kg CaCO₃/t).

Nous expliquons ces résultats par la présence ou non de minéraux neutralisants tels que les carbonates et les silicates (dans notre cas, les rejets de Boucaid renferment plus de minéraux acidivores par rapport à ceux de Sidi Kamber ce qui leurs offre un pouvoir neutralisant plus important, ces résultats concordent parfaitement avec ceux des analyses minéralogiques par DRX).

Pour le pouvoir de génération d'acide, nous remarquons que les valeurs sont relativement faibles pour les rejets de Boucaid vu leurs faibles contenances en soufre contrairement aux rejets de Sidi Kamber qui eux génèrent plus d'acidité et présentent un taux élevé en soufre. Il est à noter que les valeurs de PA sont relativement élevées car nous avons pris en compte le soufre total, y compris le soufre de la baryte.

Tableau 34 : Interprétation des essais statiques

Rejets	B.Ba	B.Zn	SKG	SKF
Statut	Non générat	teur d'acide	incertain	Générateur d'acide

Quant au rejet SKG, c'est les essais cinétiques qui nous permettront de confirmer s'ils sont générateurs d'acidité ou non.

3.2. Résultats de la caractérisation chimique

3.2.1. La spectroscopie par fluorescence X

Les valeurs sont regroupées dans le tableau suivant

Eléments / échantillon	As	Ni	Pb	Fe	Cr	S	Cu
B.Ba	0.034	0.033	0.833	3.410	0.112	1.479	0.014
B.Zn	0.270	0.040	2.395	8.496	0.154	1.414	0.035
SKG	0.011	0.060	0.187	3.108	0.158	2.025	0.011
SKF	0.013	0.090	0.290	6.590	0.273	2.781	0.024

 Tableau 35 : Pourcentages des éléments métalliques présents.

La spectroscopie par fluorescence X a révélé que pour tous les échantillons, les éléments (As, Ni, Cu) présentent des proportions faibles et qui ne dépassent pas 0.2%, 0.09% et 0.03% pour l'As, Ni et Cu respectivement.

Nous remarquons aussi que les échantillons prélevés sont riches en fer, ce dernier présente un taux de 3% pour les échantillons B.Ba et SKG et des valeurs plus importantes (6.59% et 8.49%) respectivement pour SKF et B.Ba, ce dû à la présence probablement de quelques sulfures de fer tels que la pyrite, des oxy-hydroxydes de fer ou de dolomites et micas. Le plomb est majoritairement présent dans les rejets de B.Zn avec un taux de 2.39%.

Le soufre est présent dans tous les rejets avec un faible pourcentage pour les rejets de Boucaid comparé aux rejets de Sidi Kamber où il atteint les 2.78%.

3.2.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)



Figure 84 : Spectre IR de l'échantillon SKG

Le spectre infrarouge de l'échantillon de SKG présente quatre principaux pics dont chacun correspond à une longueur d'onde donnée (liaison et famille).

Pic $N^{\circ}1$: avec un nombre d'onde entre 3600 et 3700 cm⁻¹, ce dernier correspond à la liaison O –H libre appartenant à la famille des alcools.

Pic $N^{\circ}2$: Nombre d'onde entre 3300 et 3400 cm⁻¹, il correspond encore à une liaison O-H mais dans ce cas l'hydrogène n'est pas libre, il est lié.

Pic $N^{\circ}3$: Nombre d'onde entre 2100 et 2200 cm⁻¹, c'est une liaison C---C.

Pic $N^{\circ}4$: Nombre d'onde entre 1000 et 1100 cm⁻¹, il concorde avec la liaison O-S-O d'un sulfone.



Figure 85 : Spectre IR de l'échantillon SKF

Nous remarquons la même allure du spectre obtenu en analysant les rejets SKG.

3.3. Caractérisation Minéralogique (Diffraction aux rayons X)

L'analyse minéralogique par DRX a été faite au sein du laboratoire de CRAPC, quatre diffractogrammes pour les quatre échantillons ainsi que leurs interprétations sont détaillées ciaprès





2Thêta (2Theta/Theta couplés) WL=1,54060

Figure 86 : Spectres DRX pour B.Ba

Nom du composé	Formule	S-Q
Calcite	CaCO ₃	95.4%
Quartz	SiO ₂	2.7%
Dolomite	$Ca Mg (CO_3)_2$	0.9%
Baryte	BaSO ₄	1%

Tableau 36 : Composition minéralogique du rejet B.Ba

Pour le rejet B.Ba, nous remarquons que l'échantillon est composé de 95.4% de calcite, de 0.9% de dolomite « Ca Mg $(CO_3)_2$ (forte présence des carbonates), de 2.7% de Quartz « SiO₂ », ainsi qu'un taux faible 1% en baryte «BaSO₄ »



1)B.Zn:

Figure 87 : Spectres DRX pour B.Zn

Nom du composé	Formule	S-Q
Gypse	CaSO4 2H ₂ O	20.7 %
Calcite	CaCO ₃	74.5 %
Baryte	BaSO ₄	4.8 %

Le rejet est constitué de 74.5 % de calcite, de 20.7 % de gypse (minéral secondaire) ainsi que 4.8 % de baryte. Nous constatons que ce rejet contient moins de carbonates par rapport à B.Ba



2Thêta (2Theta/Theta couplés) WL=1,54060

Figure 88 :	Spectres	DRX	pour	SKG
-------------	----------	-----	------	-----

Tableau 38	:	Composition	minéra	logique	du	rejet	SKG
------------	---	-------------	--------	---------	----	-------	-----

Nom du composé	Formule	S-Q
Quartz	SiO ₂	67 %
Hydroxyde de Baryum	Ba Pd (OH) ₄	27.6 %
Baryte	BaSO ₄	5.4 %

L'analyse quantitative par DRX de ce rejet à démontrer qu'il est constitué majoritairement de quartz (67%), faiblement de baryte « BaSO4 » à 5.4% et d'hydroxyde de baryum a 27.6%.



Figure 89 : Spectres DRX pour SKF

Nom du composé	Formule	S-Q
Jarcosite	(K,H ₃ O) Fe ₃ (SO ₄) ₂ (OH) ₆	16.4 %
Quartz	SiO_2	20.2 %
Phosphate de fer hydraté	Fe PO ₄ .3H ₂ O	4.4 %
Baryte	$BaSO_4$	4.7 %
Muscovite	KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH,F) ₂	32.4 %
Nacrite	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	22%

Tableau 39 : Composition minéralogique du rejet SKF

Les spectres de DRX indiquent une présence de quartz « SiO₂ » à 20%, faible proportion en phosphate de fer hydraté (Fe PO₄.3H₂O) et en Baryum « BaSO4 » (4.4% et 4.7% respectivement),16.4% de Jarcosite « (K,H₃O) Fe₃ (SO₄)₂ (OH)₆ » ainsi qu'une présence de silicates comme la muscovite « KAl₂(AlSi₃O₁₀)(OH,F)₂» à 32.4% et la Nacrite « Al₂ Si₂O₅ (OH)₄ » à 22%.

Nous remarquons une dominance des carbonates pour les rejets de Boucaid ce qui leurs procure un bon pouvoir de neutralisation comparé à ceux de Sidi Kamber où nous constatons une absence totale de carbonates ce qui favorisera la génération d'acide mais ils comportent néanmoins de faibles proportions en silicates ce qui permettrait de ralentir de peu la génération d'acidité.

3.4. Microscopie électronique à balayage « MEB »

L'analyse microscopique s'est effectuée via des observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB), au laboratoire de minéralogie de CRAPC, les figures et leurs interprétations sont détaillées ci-dessous :

1)B.Ba:



Figure 90: Observation du rejet B.Ba sous MEB

Pour le rejet B.Ba, nous remarquons une présence de différents minéraux (aux formes cristallines et granulométries variables) avec prédominance des grains de calcite. Nous observons des surfaces minérales altérées avec la présence de précipités.

2)B.Zn :



Figure 91: Observation a 30µm du rejet B.Zn sous MEB

Nous remarquons une disposition des grains avec une granulométrie plus fine que celle de B.Ba, les minéraux sont condensés et étroitement liés. On observe la présence de minéraux secondaires.

3)SKG :



Figure 92 : Observation à 30 µm sous MEB du rejet SKG

D'après l'observation microscopique de l'échantillon SKG, nous remarquons l'absence des minéraux carbonatés et une prédominance du quartz.



4)SKF :

Figure 93: Observation à 30 µm sous MEB du rejet SKF

Pour l'échantillon SKF, nous remarquons l'absence des minéraux carbonatés, une prédominance du quartz et la précipitation de phases secondaires. De plus, l'état de surface des grains est très altéré.

3.5 Essais cinétiques

3.5.1. Mini cellule d'altération

Les échantillons ont été soumis à plusieurs rinçages où dans chacun les paramètres physicochimiques ont été mesurés afin d'évaluer le taux d'oxydation des sulfures et de neutralisation des minéraux carbonatés (Villeneuve, 2006 ; Sapsford et al 2008).

3.5.2. Paramètres électrochimiques

Le pH joue un rôle très important dans la mobilité des métaux. Un pH acide entraîne la mise en solution des phases de rétention (Lions, 2004). La solubilité des métaux diminue généralement lorsque le pH augmente. A cela il faut ajouter l'influence du potentiel Redox sur la solubilité des métaux, en effet certains métaux sont plus ou moins mobiles selon leur état d'oxydo-réduction. Les résultats de la variation des paramètres électrochimiques (pH, Eh et conductivité) sont détaillés ci-dessous :

Nous remarquons que les valeurs du pH pour les rejets de Sidi Kamber sont extrêmement acides atteignant des valeurs de 3 jusqu'à 5, contrairement aux rejets de Boucaid lesquels présentaient un pH proche de la neutralité allant de 6 à 8 maximum.

Nous constatons qu'il y a deux plateaux qui correspondent très probablement à deux minéraux neutralisants, deux types de carbonates (Calcite et dolomite). La chute du plateau équivaut à l'épuisement d'un premier minéral.

Pour le pH de SKG et SKF, on observe une tendance vers la remontée du pH. Etant donné que le pH est inférieur à 5, cela est probablement dû à une participation des silicates aux réactions de neutralisation.

Les valeurs du potentiel redox ont indiqué que les rejets sont dans des conditions oxydantes (Eh > 200mv) pour la majorité des échantillons, avec une moyenne de 200 à 320 mV pour (B.Ba et B.Zn) et 400 à 560 mV pour (SKG et SKF).

Quant à la conductivité électrique des échantillons (SKG et SKF), elle se stabilise globalement vers le 5eme jours (après le deuxième rinçage), pour atteindre des valeurs voisines de 1600 à 1800 μ s/cm durant lespremiers rinçages ; cela est dû à une pré-oxydation des grains de sulfures, comme l'explique en effet Mayer et al. (2002). Il est intéressant de noter que la pré-oxydation d'un grain peut modifier la réactivité des sulfures, alors la prise de contact entre nos échantillons et l'eau + oxygène a permis d'éliminer la partie superficielle oxydée des particules, cela a pris 5 jours pour arriver au noyau non oxydé du minéral (passivation de sulfures). Cette grandeur continue à se stabiliser après jusqu'à atteindre des valeurs oscillent entre 30 à 750 (μ s/cm), tandis que pour les rejets (B.Ba et B.Zn), les valeurs de la conductivité n'ont pas dépassé 800 μ s/cm durant les essais.



Figure 94 : Evolution des paramètres électrochimiques en fonctiondu temps.

3.5.3. Analyses chimiques des lixiviats

Tous les lixiviats sont récupérés et analysés par « SAA » pour déterminer la concentration des éléments chimiques présents dans ces solutions (en se basant sur des études antérieures) les éléments chimiques choisis sont : Cd (cadmium), Pb (Plomb), Fe (Fer) , Zn(Zinc) et Ba(Baryum).

Cd : Les courbes de variation de la concentration du cadmium dans les lixiviats montrent des valeurs qui varient entre 0.31 et 0.41 mg/l pour l'ensemble des échantillons (valeur minimale mesurée est de 0.31 mg/l pour les rejets SKF et la valeur maximale est de l'ordre de 0.41 mg/l pour la plupart des échantillons).

Pb : Le plomb est présent avec des valeurs stables tout au long de l'essai. Pour B.Ba et B.Zn, ces valeurs atteignent 0.52mg/l ; il est moins présent pour SKF et SKG, les concentrations varient de 0.31 mg/l à 0.51mg/l.La concentration en Pb reste faible et pourrait être expliquée par la minéralogie (Passivation, faible degré de libération).

Fer : La valeur maximale mesurée est de l'ordre de 0.49mg/l dans B.Ba, il varie ensuite de la même manière pour atteindre des valeurs faibles comprises entre 0.18 et 0.39mg/l pour tous les échantillons.

Zn : Le zinc est présent avec de très grandes concentrations comparé aux autres éléments chimiques, c'est l'un des éléments de base de ces rejets. Nous avons enregistré une valeur maximale de 5.4 mg/l pour SKF et de 2.2 mg/l pour SKG, ces teneurs se stabilisent par la suite à 0.5 mg/l pour tous les échantillons y compris B. Ba et B.Zn.

La chute brutale des concentrations en zinc puis leur stabilisation invoque plus une libération du zinc adsorbé, une dissolution des phases secondaires puis l'oxydation lente de la sphalérite déjà passivée.

Ba : La variation des concentrations en baryum suit deux principales phases. Durant la première, les concentrations varient de 0.6 à 5mg/l, la valeur minimale enregistrée est de 0.6 mg/l correspond aux rejets de B.Zn et une valeur maximale de 5 mg/l pour les rejets SKG.

Nous avons noté une variation faible des valeurs de baryum durant la deuxième phase (à partir du 25ème jour) et cela pour tous les échantillons, les concentrations n'ont pas dépassé 1.5mg/l.

Nous constatons que les concentrations en plomb, cadmium et zinc dépassent légèrement les limites environnementales algériennes (0.5 mg/l, 0.2 mg/l et 3 mg/l pour le Pb, Cd et Zn respectivement).





Figure 95 : Analyses chimiques des lixiviats des MCA.

4. Résultats de la désulfuration

4.1. Flottation

Plusieurs essais de flottation à différentes concentrations de collecteur ont été effectués pour déterminer le dosage optimal.

Ci-dessous les différentes concentrations en réactifs utilisés pour les 5 essais.

4.1.1. Cas de B.Ba et B.Zn

Tableau 40 : Paramètres et résultats de flottation des rejets B.Ba et B.Zn

N°	CuSO4 (g/t)	Xanthate (g/t)	Moussant (g/t)	Qtt rejets.	B.Ba /Qtt concentré (g)] Qtt rejets/	3.Zn Qtt concentré (g)
1	100	300 / 100	50	260	106	230	135
2	100	200 / 50	50	267	104	270	97
3	100	100 / 50	50	290	82	275	92
4	0	100 / 50	50	285	84	266	99
5	0	200 / 50	50	233	126	196	170

Rendements pondéraux obtenus :

Echantillon	B.Ba				B.Zn					
N° essai	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Rendement	28.26	27.73	21.86	22.4	33.6	36	25.86	24.53	26.4	45.33
Pondéral %										
(concentré)										
Rendement	69.33	71.2	77.33	76	62.13	61.33	72	73.33	70.93	52.26
Pondéral %										
(Rejets)										

Les résultats obtenus présentent tous une marge d'erreur <3% (acceptable vue les diverses manipulations exécutées), nous remarquons que le rendement pondéral en concentré sulfuré le plus élevé est enregistré pour l'essai n°5 du rejet B.Ba avec une valeur de 33.6 % et qui correspond à un rendement pondéral en rejet de 62.13%. Alors que pour le rejet B.Zn, le rendement le plus élevé en concentré sulfuré est estimé à 45.33% tandis que le rendement en rejet est de 52.26 %. L'essai N°4 pour les deux rejets présente le meilleur rendement de désulfuration en l'absence d'activant à une même concentration en collecteur.

4.1.2. Cas de SKG et SKF

N°	CuSO4 (g/t)	Xanthate (g/t)	Moussant (g/t)	S Qtt rejets/	GKG Qtt concentré (g)	Qtt rejets	SKF s/ Qtt concentré (g)
1	200	100 / 50	50	230	144	229	135
2	200	200 / 100	50	228	145	234	136
3	200	300 / 100	50	192	172	188	180
4	0	100 / 50	50	224	138	238	130
5	0	200 / 50	50	226	140	235	132

Tableau 41 : Paramètres et résultats de flottation des rejets SKG et SKF

Rendements pondéraux obtenus :

Echantillon			SKG				SKF			
N° essai	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Rendement	38.4	38.66	45.86	36.8	37.33	36	36.26	48	34.66	35.2
Pondéral %										
concentré										
Rendement	61.33	60.8	51.2	59.73	60.26	61.06	62.4	50.13	63.44	62.66
Pondéral %										
(Rejets)										

D'après ces résultats, nous remarquons qu'il y a une influence négligeable de l'ajout de l'activant. Nous constatons que l'essai n°3 a enregistré les plus forts rendements pondéraux en concentré sulfureux estimés de 45.86% et 48% pour les rejets SKG et SKF respectivement. Nous avons enregistré des rendements pondéraux en concentrés sulfurés relativement plus élevés que ceux obtenus avec les échantillons de Boucaid, cela est lié à la présence de grandes quantités de sulfures dans les rejets de Sidi Kamber. L'essai N°4 pour les deux rejets présente le meilleur rendement de désulfuration en l'absence d'activant à une même concentration en collecteur.

4.1.3. Mini Cellule d'altération après désulfuration par flottation

Les mesures des paramètres électrochimiques et chimiques sont discutées ci-dessous

4.1.3.1. Paramètres électrochimiques

D'après les mesures effectuées, nous remarquons des valeurs du pH proches de la neutralité comparées à celles obtenues sans désulfuration, les valeurs les plus faibles sont de l'ordre de 6 et les plus élevées atteignent8.80, cette augmentation du pH témoigne d'une élimination des sulfures par flottation.

Pour ce qui est du Eh, les valeurs sont plus faibles que celles obtenues avant désulfuration essentiellement pour SKG et SKF qui étaient aux alentours de 400 et 550, les nouvelles valeurs sont de l'ordre de 100 mVet 300mV (plus faible taux d'oxydation). En ce qui

concerne les échantillons de B.Ba et B.Zn, on remarque des courbes quasiment semblables (ces derniers comportent moins de sulfures et présentent un faible taux d'oxydation).

Il a été noté que les valeurs de la conductivité connaissent une diminution en comparaison avec celles obtenues avant désulfuration. Ces valeurs sont expliquées par la diminution de la mobilité des métaux suite à l'élimination des sulfures par flottation non sélective.



Figure 96 : Paramètres électrochimiques des lixiviats des MCA après désulfuration par flottation.

4.1.3.2. Analyses chimiques des lixiviats des MCA après flottation

D'après les résultats obtenus, nous n'avons pas remarqué une grande différence entre les concentrations en métaux (Cd, Pb et Fer) à l'exception du Zn ; la présence de ce dernier était similaire pour les rejets B.Ba et B.Zn mais beaucoup plus faible par rapport aux valeurs obtenues après flottation pour les rejets SKG (de 2.3 mg/l jusqu'à 0.52mg/l) et en particulier SKF(de 5.4mg/l à 0.52mg/l). Cette diminution est expliquée par la présence de sulfures de zinc sous forme de sphalérite ZnS dans les rejets SKG et SKF.

Le baryum quant à lui suit deux phases, la première de 12 jours où ce dernier était présent à des fortes concentrations dépassant parfois 6 ppm pour les rejets SKG. Après les 12 jours de lixiviation, les concentrations diminuent pour l'ensemble des rejets et se stabilisant pour les 4 rejets (2-2.5mg/l pour B.Ba; 1-1.5 mg/l pour B.Zn ;5 mg/l pour SKG et 1-2 mg/l pour SKF

La variation des concentrations en baryum est similaire à celle enregistrée avant désulfuration.

Notons que les concentrations en Cd dépassent légèrement la valeur limite des paramètres de rejets d'effluents liquides industriels (Décret exécutif n° 06-141, 2006).





Figure 97 : Analyses chimiques des lixiviats issus des MCA après flottation.

4.1.4. Cellule Humide après désulfuration par flottation

Les résultats de ces essais cinétiques sont résumés ci-après :

4.1.4.1. Paramètres électrochimiques

Les résultats obtenus par les cellules humides indiquent une similarité dans les variations du pH, Eh et conductivité des (CH) comparées aux essais (MCA), à l'exception des valeurs enregistrées lors des derniers rinçages (une plus importante oxydation) qui peut être due à la composition de l'air ambiant qui est plus favorable en termes d'oxydation durant la période en question.



Figure 98 : Paramètres électrochimiques des lixiviats des CH après désulfuration par flottation.

4.1.4.2. Analyses chimiques des lixiviats des CH après flottation

En comparant les résultats de la variation des concentrations en éléments chimiques des cellules humides et des mini cellules d'altération, la différence est négligeable. Nous constatons que les concentrations varient de 0.5 à 0.52 mg/l pour le plomb, de 0.48 à 0.62 mg/l pour le zinc, de 0.34 à 0.4 mg/l pour le fer, de 0.38 à 0.42 mg/l pour le cadmium et de 1.5 à 6.5 mg/l pour le baryum.



129



Figure 99 :analyses chimiques des lixiviats issus des CH après flottation.

4.2. Exemple de l'efficacité de la désulfuration

Notre choix s'est porté sur quelques essais dont les valeurs du pH étaient significatives (désulfuration meilleure), ces derniers ont été analysés par FRX afin de déterminer la concentration en soufre, les résultats sont représentés ci-dessous :

Tableau 42 : Variation du pourcentage en soufre dans les rejets B.Ba et SKF avant et après flottation.

Echantillon	B.Ba	N° de l'essai choisi	SKF	N° de l'essai choisi
Qtt soufre Avant	1.47%		2.78%	
désulfuration %		5		4
Qtt soufre Après	1.10%		1.14%	
désulfuration %				

D'après ces résultats, nous remarquons une diminution significative de la quantité du soufre pour les deux échantillons. Pour les rejets SKF et après désulfuration par flottation, la diminution de la quantité du soufre est de l'ordre de 41%.

Ci-après des observations microscopiques du rejet SKF (avant et après désulfuration par flottation)



Figures 100-101: Observation a 10µm sous MEB du rejet SKF avant (a) et après (b) désulfuration

Nous remarquons une très importante diminution de la proportionnalité des minéraux après la désulfuration par flottation et une modification de la structure des grains. Il ressort de ces figures que seuls quelques grains, ceux qui semblent être liés aux minéraux de la gangue, persistent. Seuls des grains mixtes sont observés et les minéraux sulfurés résiduels sont bloqués avec la gangue n'offrant pas une surface de contact suffisante pour être entraîner dans la mousse lors du processus de flottation. Un broyage très fin pour libérer les grains avec une minéralisation disséminée est nécessaire.

Il est à signaler que les rejets sont oxydés, la majorité des sulfures présentent une enveloppe faite de minéraux secondaires modifiant leur états de surface.

4.3. Séparation gravimétrique

On se basant sur la densité des minéraux, la désulfuration par table a secousse a donné les résultats ci-dessous

Echantillon	B.Ba	B.Zn	SKG	SKF
Qtt sulfurée (g)	361	340	169	204
Qtt	30	50	224	188
Désulfurée(g)				
Qtt Perdue	2.3 %	2.56 %	1.78 %	2.04 %
Rendement	8 %	13.33 %	59.73 %	50.13 %
pondéral				
désulfuré				

Tableau 43 : Résultats après séparation gravimétrique



Figure 102 : Représentation de quantités désulfurées pour chaque rejet

D'après les résultats obtenus, nous remarquons une très forte quantité de rejets désulfurés pour le les échantillons de (SKG, SKF), avec 59.73 % et 50.13 % pour SKG et SKF respectivement. De faibles rendements pondéraux ont été obtenus pour les échantillons B.Ba et B.Zn (max 13,3%). Ces résultats sont expliqués par la grande quantité de sulfures présente dans les rejets de Sidi Kamber comparés à leurs faibles présences dans les rejets de Boucaid.

4.3.1. Résultats

4.3.1.1. Mini Cellule d'altération

4.3.1.1.1. Paramètres électrochimiques

Les résultats sont discutés ci-dessous

Les valeurs du pH sont neutres entre 6.5 et 8.2 pour l'ensemble des rejets et présentent tous une allure assez similaire.

Pour le potentiel redox, nous avons enregistré des valeurs plus faibles que celles obtenues avant désulfuration où la valeur maximale n'a pas atteint les 500 mV, cela est lié au faible taux d'oxydation par rapport aux rejets avant désulfuration.

Les valeurs de la conductivité sont beaucoup plus faibles que celles obtenus avant désulfuration ou même après désulfuration par flottation, ces dernières oscillent de 50 à 300 μ s/cm suite à une faible mobilité des métaux et le bon rendement de la méthode de désulfuration.

Il est aussi à noter que les résultats obtenus par désulfuration en utilisant la table à secousses sont concluants et satisfaisants à ceux trouvés par flottation non sélective.

•



Figure 103 : Paramètres électrochimiques des lixiviats résultants des MCA après désulfuration par séparation gravimétrique.

4.3.1.1.2. Analyses chimiques des lixiviats des MCA après Séparation gravimétrique

Les concentrations en métaux analysés par la « SAA » sont discutées ci-dessous

Les concentrations des différents éléments chimiques suivent la même cinétique durant le temps de lixiviation que celles obtenues avant désulfuration a l'exception de la teneur en Zn qui a diminué remarquablement jusqu'à arriver à des valeurs de 0.51 à 0.58 mg/l, comme il a été expliqué précédemment, le Zn est fortement présent sous forme de sulfures.

Pour ce qui est des concentrations en baryum, les valeurs indiquent une diminution au fil du temps, ce sont des résultats similaires à ceux trouvés avant ou après désulfuration par flottation, sauf le rejet B.Ba où nous observons des valeurs qui varient entre 5.5 et 5.6mg/l.

La diminution des concentrations en baryum s'explique par le non succès de la désulfuration par séparation gravimétrique du sulfure de baryum présent.



Figure 104: Analyses chimiques des lixiviats issus des MCA après Séparation gravimétrique.

4.3.1.2. Cellules Humides

Un seul essai cinétique a été effectué seulement, nous avons choisi le rejet B.Ba en raison de son importance vu qu'il présente des rejets produits en continu, donc sa quantité croit de jour en jour dans la mine en question. Les résultats sont présentés ci-dessous.

4.3.1.2.2. Paramètres électrochimiques

Le pH des lixiviats de cet échantillon augmente considérablement pour atteindre des valeurs neutres voisines de 7 et 8. Les valeurs du potentiel redox varient de 250 à 350 mV et la conductivité oscille entre 500 et 550 μ s/cm, ce qui témoigne d'une mobilité de métaux plus importante à celle obtenue avant désulfuration.



Figure 105 : Paramètres électrochimiques des lixiviats CH après désulfuration par SG.

4.3.1.2.3. Analyses chimiques des lixiviats des CH après Séparation gravimétrique

En comparant les courbes obtenues avant et après désulfuration, nous remarquons qu'elles sont dans l'ensemble similaires pour les différents éléments chimiques, sauf pour le Zn qui a présenté des valeurs légèrement élevées, ce qui explique la légère augmentation dans les valeurs de la conductivité et ce qui met en doute la libération (désulfuration) du sulfure attaché aux particules zincifères à l'aide de la séparation gravimétrique.

Le baryum dans ce cas-là, indique des valeurs inférieures à celles obtenues par des essais en MCA où il a diminué de 4 à 2.5 mg/l. la contradiction entre les essais s'explique par les conditions de mise en place de ces derniers.





Figure 106 :analyses chimiques des lixiviats issus des CH après Séparation gravimétrique.

4.4. Exemple d'éfficacité de la désufuration par SG

La variation de la quantité du soufre avant et après désulfuration de quelque échantillons, obtenue à l'aide de la FRX est détaillée dans le tableau suivant

Tableau 44 : Variation de la quantité de soufre avant et après désulfuration par S	SG
--	----

Echantillon	B.Ba	SKG
Qtt soufre Avant désulfuration %	1.47%	2.02%
Qtt soufre Après désulfuration %	0.47%	1.74%

La diminution de la quantité de soufre était très satisfaisante surtout pour l'échantillon B.Ba ,témoignant de l'efficacité de la désulfuration par séparation gravimétrique.

4.5. Désulfuration Bactérienne

4.5.1. Isolement bactérien

N°	Souche N°	pH	Eh (mv)
	1	1.86	603.1
Jour 2	2	1.82	600.7
	3	1.81	600.6
	1	2.03	584
Jour 3	2	2.05	583.6
	3	2.03	582.8
	1	1.86	606.1
Jour 4	2	1.77	610.2
	3	1.78	607
	1	1.01	607.4
Jour 5	2	1.18	610
	3	0.95	606.6

Tableau 45 : Variation des paramètres électrochimiques en fonction du temps d'isolement.



Figure 107 : Variation du pH et Eh des trois souches bactériennes pendant l'isolement.

4.5.1.1. Interprétation des résultats

Ces trois souches bactriennes ont été préparées par un échantillon composite (50% SKG et 50% SKF).

pH:

La variation du pH pour les trois souches est presque la même, elle commence par une légère augmentation jusqu'au 3eme jour où nous enregistrons la valeur maximale du pH de cet isolement (pH ~2.3 et 2.5) pour ensuite ne cesser de décroitre jusqu'à atteindre un pH de 0.95.La diminution du pH est due à l'action bactérienne qui se manifeste par l'oxydation des minéraux sulfurés présents dans l'échantillon comme la pyrite, galène, sphalérite, à l'oxydation du soufre mais aussi à la précipitation d'hydroxydes ferriques ou de jarosite. Tandis que l'augmentation du pH est expliquée par la dissolution de quelques minéraux présents dans la gangue (principalement les minéraux silicatés).

La variation du pH serait probablement due à l'action bactérienne, notamment l'oxydation du soufre, l'oxydation de la pyrite présente dans l'échantillon ou encore la précipitation d'hydroxydes ferriques et ou de jarosite qui produirait de l'acide selon les réactions suivantes :

Eh :

Nous constatons une variation semblable pour les trois souches bactériennes et qui concorde avec l'évolution du pH. Durant les premiers jours, on remarque une diminution du Eh (du taux d'oxydation) jusqu'à atteindre une valeur minimale de 582.8 mv, ceci est lié à une lixiviation chimique à l'aide d'ions ferriques présents dans la solution.

La deuxième phase (après 3 jours) se désigne par une augmentation exponentielle du potentiel d'oxydoréduction où l'Eh atteint la valeur maximale de 610 mV, ce qui nous confirme la bonne activité bactérienne après le 3^{eme} jour pour se stabiliser après dans de très bonnes conditions oxydantes avec des valeurs variant entre 606 et 610 mV.

OD : une forte consommation en oxygène tout au long du processus a été mesurée, les valeurs varient entre 6.69 et 8.98 mg/l.

Partant du paramètre calculé au laboratoire (densité optique), on pourra tout simplement déterminer le nombre de bactérie/ml ou biomasse sèche voire même UFC /ml, en se basant sur les données suivantes :

 $1DO = 2 \times 10^{8}$ Bactéries/ml, 1DO = 0.7 g/l, $1 \text{ DO} = 2.2 \times 10^{9} \text{ UFC/ml}$

Les résultats sont détaillés ci-dessous.



Tableau 46 : Evolution des paramètres de biolixiviation

Figure 108: variation des UFC/ml pendant l'isolement

Temps (Jours)

Cette figure démontre l'évolution du nombre des unités qui forment des colonies dans chaque millilitre d'inoculum en fonction du temps pour les trois souches bactériennes.

L'allure des trois courbes est presque similaire, elle se compose de deux importantes phases (phase de latence où l'évolution est presque stationnaire pendant les 3 premiers jours et une phase de croissance correspond à 1 partie exponentielle de la courbe. Il est à noter que la souche bactérienne N°3 présente des meilleurs résultats et un nombre d'UFC plus important, la valeur maximale enregistrée pendant le 5eme jour chez la troisième souche atteint 2.22 X 10^{10} UFC/ml.
4.5.2. Désulfuration par le biais des bactéries

Une fois les essais de biolixiviation sont lancés, les prises de mesures se font d'une façon régulière. Les paramètres pH, potentiel redox, oxygène dissous et densité optique ont été mesurés et leurs résultats sont représentés dans les graphes ci-après.



Figure 109 : Paramètres physico-chimique de la biolixiviation

pH : Les variations des valeurs du potentiel d'hydrogène suivent deux principales phases ; la première présente une légère diminution du pH durant les 8 premiers jours, suivie par une décroissance significative pour les rejets B.Ba et B.Zn. Dans les 8 premiers jours, les valeurs du pH varient entre 4 et 4.5 pour ensuite diminuer jusqu'à atteindre 3.1 pour B.Zn

Concernant les rejets SKG et SKF, nous avons enregistré des valeurs qui varient entre 1.4 et 1.5 durant la première phase, puis une forte diminution durant les deux jours qui suivent vers un pH extrêmement acide (pH=0.90) et avec une remarquable chute du pH pour les rejets SKF atteignant la plus faible valeur enregistrée (pH= 0.59).

Les valeurs élevées mesurées pour les échantillons de Boucaid résultent d'une faible activité bactérienne, cela s'explique par la faible quantité de sulfures présente dans ce type d'échantillon comparée à celle de Sidi Kamber. Un pH fortement acide mesuré dans les échantillons de Sidi Kamber est le synonyme d'une importante activité bactérienne (génération d'une grande quantité d'acide sulfurique suite à l'oxydation du fer ferreux) ce qui implique une bonne désulfuration.

Eh : Nous remarquons deux principales phases, la première correspond à la phase de latence bactérienne qui a duré 4 jours et la deuxième phase exponentielle.

Pour les échantillons B.Ba et B.Zn, durant la première phase, leurs Eh respectifs atteignent des valeurs comprises entre 410 et 470 mV, pour ensuite suivre des cinétiques différentes dans un intervalle 400 à 500mV ; alors que pour SKG et SKF, les valeurs du Eh étaient trop élevées comparées à celles de Boucaid, cela est expliqué par une forte oxydation qui équivalent à la phase exponentielle des bactéries (Eh_{max} = 650mv).

Oxygène dissous : Les variations de l'oxygène dissous consommé par les bactéries tout au long de la désulfuration est un signe de croissance bactérienne et d'oxydation de la matière organique qui concorde avec l'augmentation de la densité optique et la diminution du fer ferreux simultanément. Nous avons enregistré des valeurs allant de 0.5 à 5 mg/l pour les B.Ba et B.Zn, les bactéries étaient majoritairement passives et consomment peu d'oxygène au début de l'essai, mais au fil du temps leur consommation a augmenté tout au long du processus. Des valeurs plus importantes enregistrées de 6 à 9 pour SKG et SKF correspondant à une consommation d'oxygène suite à une très bonne activité bactérienne.

Densité optique : Une phase de latence pour les quatre échantillons a été observée, celle-ci a duré 12jours, durant cette période, les valeurs ont atteint 8 pour (B.Ba et B.Zn) et 9 pour (SKG et SKF). La deuxième phase correspond à la phase exponentielle de la croissance bactérienne atteignant des valeurs de 11 à 12 pour les rejets de Boucaid et de 15 à 16 pour les rejets de Sidi Kamber.

La première phase de latence pourra s'expliquer par le temps d'adaptation des bactéries avec la pulpe, elle coïncide avec des valeurs du pH et Eh stationnaire.

4.5.2.1. Analyse par FTIR du rejet SKF

Une analyse FTIR a été effectuée pour le rejet SKF afin de confirmer le rôle de l'activité bactérienne dans le processus de désulfuration et donc l'apparition de nouveaux pics. Pour ce faire, nous avons comparé entre deux rejets (sulfuré et désulfuré par biolixiviation).

4.5.2.1.1. Résultats



Figure 111 : Spectre IR du rejet SKF après désulfuration bactrienne.

La différence réside dans deux principaux pics avec une transmission assez grande.

Pic $N^{\circ}1$: avec un nombre d'ondes entre 3070 et 3500 cm⁻¹, ce dernier correspond à la liaison N-H stretching appartenant au composé amide.

Pic $N^{\circ}2$: avec un nombre d'onde entre 1550 et 1650 cm⁻¹, ce pic correspond à la liaison N-H déformation appartenant au composé amine.

Ces résultats indiquent que les bactéries secrètent des acides aminés comme matière organique suite à leur métabolisme.

4.5.3. Essais statique (PN, PA)

Le protocole modifié de (Lawrence et Wang,1996) utilisé pour les 4 rejets (B.Ba, B.Zn, SKG et SKF) après désulfuration biologique a donné les résultats suivants :

Tableau	47 :	Résultats	des	essais	statiqu	ies
---------	-------------	-----------	-----	--------	---------	-----

Echantillon	B.Ba	B.Zn	SKG	SKF
t = 0 h Volume de Hcl (1N) ajouté en (ml)	3	2	1	1
t=2 h Volume de Hcl (1N) ajouté en (ml)	2	2	1	1
t=22 h Volume de Hcl (1N) ajouté en (ml)	3	2	1	2.01
t=24 h Volume de NaOH (0.1N) ajouté en (ml)	2.1	13.5	24.4	nH < 1.55
PN (kg CaCO ₃ /t)	194.75	116.25	14	A refaire

4.6. Exemple de l'efficacité de la désulfuration bactérienne

4.6.1. Microscopie électronique à balayage « MEB »

Les observations microscopiques des grains de l'échantillon SKG en cours de biolixiviation et la caractérisation des phases superficielles et des résidus de réaction sont présentées dans les figures ci-dessous.



Figure 112: Observation microscopique à 30 µm de l'échantillon SKG après attaque bactérienne



Figure 113: Observation microscopique d'un grain de l'échantillon SKG sous colonisation bactérienne.

Les images MEB montrent l'adhésion de bactéries sur les grains de l'échantillon SKG en cours de biolixiviation. Nous remarquons le développement des trous en profondeur ainsi que des zones altérées du minéral avec une forte présence de bactéries. De plus, des grains couverts de précipité probablement des globules d'oxydes de fer et des EPS (exopolysaccharides) sur lesquelles les bactéries s'accrochent, biofilm.

5. Valorisation (confection béton)

Les résultats sont résumés dans le tableau ci-dessous

5.1. Béton normal

Tableau 48 : Résultats de la résistance à la compression du béton normal.

Echantillon	S.R	B.Ba	B.Z n	SKG	SKF
Rapport E/C	0.65	0.52	0.55	0.6	0.6
Résistance à la	11	3.3	2.7	2.68	1.15
compression au					
7 ^{ème} jour (Mpa)					
Résistance à la	24	4	3.1	2.9	1.2
compression au					
14 ^{ème} jour					
(Mpa)					
Classification	C 20/25	Mauvais béton	Mauvais béton	Mauvais béton	Mauvais béton

Nous remarquons que les résultats de la confection de béton ne sont pas satisfaisants en termes de résistance à la compression (mauvais béton).

5.2. Béton lourd

Tableau 49 : Résultats de la résistance à la compression du béton lourd.

Echantillon	S.R	B.Ba
Rapport E/C	0.65	0.5
Résistance à la	11	8
compression au		
7 ^{ème} jour (Mpa)		
Résistance à la	24	/
compression au		
14 ^{ème} jour		
(Mpa)		
Classification	C 20/25	C8/10

Pour l'essai du béton lourd, le résultat est satisfaisant, notons une résistance à la compression de 8 Mpa au 7^{ème} jour, c'est un essai qui pourrait procurer un béton d'une excellente qualité à compter du 14 ou 28ème jour avec une meilleure résistance à la compression. Malheureusement, nous n'avons pas eu le temps d'intégrer tous les résultats de cette partie dans ce travail.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce mémoire, des essais statiques et cinétiques en en mini-cellules d'altération et en cellules humides ont été effectués afin de mieux déterminer le comportement géochimique de différents rejets provenant des sites de Boucaid (W. Tissemsilt) et de Sidi Kamber (W. Skikda), et cela avant et après traitement par désulfuration. L'objectif principal est d'évaluer le potentiel de contamination (DNC ou DMA) de cesrejets afin de pouvoir améliorer leur gestion sur le site.

Dans la synthèse bibliographique nous avons détaillé tous les mécanismes chimiques mis en jeu lors de la formation des DMA, les paramètres influençant leur formation, leur impact sur l'environnement, les méthodes de prédiction et de contrôle, une classification des méthodes de leur traitement ainsi que les techniques de restauration des sites miniers.

Quatre types de rejets de provenance et de géologie différentes ont été échantillonnés afin d'évaluer de manière représentative leur comportement géochimique (B.Ba : Rejets barytiques de Boucaid, B. Zn : Rejets zincifères de Boucaid, SKF : Rejets de flottation Sidi Kamber, SKG : Rejets de gravimétrie Sidi Kamber).

Après une caractérisation physico-chimique, une caractérisation minéralogiquedes échantillons par DRX et MEBa été effectuée. Les résultats confirment l'altération des résidus par la présence des minéraux sulfatés à cause de leur contact avec l'air et l'eau ; de plus, elle nous a permis de connaitre leur composition minéralogique : minéraux sulfatés/sulfurés, minéraux carbonatés spécialement la calcite et la dolomite dans les rejets de Boucaid et silicatés dans les rejets de Sidi Kamber.

En ce qui concerne la caractérisation chimique par XRF, les résultats ont montré la présence de sulfures dans les deux sites mais avec un taux élevé dans les rejets de Sidi Kamber.

Des essais de désulfuration environnementale ont été réalisés en utilisant trois techniques à savoir : la flottation non sélective, la séparation gravimétrique par table à secousses et la lixiviation par le biais d'un mélange de souches bactériennes acidophiles et chimiolithotrophes.

Il est à noter que les résultats obtenus par les trois méthodes sont satisfaisants en termes de concentration des sulfures dans les concentrés/rejets désulfurés. Ces résultats offrent des multiples pistes d'optimisation pour rendre ces méthodes les plus économiques et rentables possible.

En ce qui concerne les résultats de l'étude environnementale, les résultats des essais cinétiques par mini cellules d'altération et cellules humides ont confirmé que les rejets désulfurés ne produisent pas de DMA. Cependant, les concentrations en Cd dépassent légèrement la valeur limite des paramètres de rejets d'effluents liquides industriels (Décret exécutif n° 06-141, 2006), ce qui pourrait représenter un risque de génération de DNC en cadmium.

Des essais de valorisation ont été réalisés afin d'étudier la faisabilité d'utiliser les rejets miniers de Boucaid (B.Ba et B.Zn) comme sable ou mélangés avec du ciment pour fabriquer du béton, proposant ainsi une solution à la problématique de stockage de surface des rejets et

de demande importante en matières premières dans le secteur des travaux publiques.Pour l'essai du béton lourd, le résultat était satisfaisant.

Au regard des résultats obtenus dans ce travail, nous proposons d'orienter la poursuite des travaux comme suit :

- L'optimisation du schéma de désulfuration et son application à l'échelle industrielle
- Augmentation du temps de la biolixiviation
- Caractérisation des résidus en profondeur.

- Réalisation d'autres essais de valorisation des rejets avec une caractérisation approfondie des propriétés chimiques et minéralogiques des rejets miniers et une évaluation du potentiel polluant des mortiers à base de rejets minier

- Pour les essais cinétiques, il faut faire le suivi des teneurs en Cd en plus des teneurs en soufre

- Étude de faisabilité : évaluer le coût financier du projet.

Références bibliographiques

- Akcil, A., Koldas, S., 2006. Acid Mine Drainage (AMD) : causes, treatment and case studies.
- Alcolea A, Vázquez, M, Caparrós, A, Ibarra, I., García, C, Linares, R, Rodríguez., 2012. Heavy metal removal of intermittent acid mine drainage with an open limestone channel. Miner. Eng. 26, 86–98.
- Amar, H., 2020. Tri des stériles miniers comme nouvelle approche de gestion intégrée : contrôle du drainage minier et valorisation.
- Amar, H., Benzaazoua, M., Elghali, A, Bussière, B et Duclos, M., 2020. Upstream environmental desulphurisation and valorisation of waste rocks as a sustainable AMD management approach.
- Argane, S., 2015. Valorisation des rejets miniers à faible teneur en sulfures comme granulats pour mortiers.
- Aubertin, M., Li, L., Simon, R., Khalfi, S., 1999. Formulation and application of a short-term strength criterion for isotropic rocks, Home canadian geotechnical journal, 36, N5.
- Aubertin, M., Bussière, B. et Bernier, L. 2002. Environnement et gestion des rejets miniers. Cédérom publié par Les Presses Internationales de Polytechnique (à paraître automne 2002).
- Awoh A., 2012. Étude du comportement géochimique de résidus miniers hautement sulfureux. Thèse de doctorat inédite, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), Québec, Canada.
- **Bassolé, M., 2016.** Pertinence des essais de lixiviation en batch dans la prédiction du comportement hydrogéochimique des rejets miniers.
- Benzaazoua, M ; Bussiere, B .Dagenais, A.M., 2001. Comparison of kinetic tests for sulfide mine tailings, URSTM, Université du Québec, Canada.
- Benzaazoua, M, Bussiere, B ;Dagenais, A.M., 2004. Kinetic test comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential.
- Bernier L, Aubertin M, Bussiere B., 2002. Environnement et gestion des résidus miniers en ligne]. 2002. Cédérom. Canada : Les Éditions de l'École Polytechnique de Montréal.
- Bouali1, E., Kadri1, E., Kaci, A., Ayadi, A., Soualhi, H., 2019. Effet de l'ajout de la Barytine BaSO4 dans la formulation des bétons lourds.

- Boutaleb, A., Amraoui, S., Berdous, D., Alligui, F., Issaad, M., Mahfoud, Z., Chetouane, 2017. État des sols et des eaux contaminées par les éléments traces métalliques de deux mines abandonnées, cas des gisements à Pb-Zn de Boudoukha et Sidi Kamber (NE algérien). The 3rd International Symposium on Mineral Industry and Environment, Annaba
- **Bouzahzah, H., 2013.** Modification et amélioration des tests statiques et cinétiques pour une prédiction fiable du drainage minier acide. P 3-4.
- **Bowell, R.J, Sapsford, D.J , Dey, M. , and Williams, K.P. 2006.** Protocols affecting the reactivity of mine waste during laboratory-based kinetic tests. 7th International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD).
- Bussière, B, Aubertin, M, Mbonimpa, M, Molson, J. W, and Chapuis, R.P., 2007. Field experimental cells to evaluate the hydrogeological behaviour of oxygen barriers made of silty materials.
- **Bussière, B., 2009.** Acid Mine Drainage from Abandoned Mine Sites: Problematic and Reclamation Approaches. In: CHEN, Yunmin, ZHAN, Liangtong, et al , Advances in Environmental Geotechnics, p 111- 125.
- Chaire CRSNG Polytechnique » [UQAT en Environnement et gestion des rejets miniers///Montréal, Québec, Canada 5-8 juin 2002]
- Chevalier, P., 1996. Technologies d'assainissement et prévention de la pollution [En ligne]. Téluq.Quebec : Télé Université.
- Chopard, A., 2017. Evaluation environnementale de minerais sulfurés polymétalliques basée sur une approche minéralogique pluridisciplinaire.
- Coulombe, V., 2012. Performance de recouvrements isolants partiels pour contrôler l'oxydation de résidus miniers sulfureux , p 15-22.
- Crundwell, F. K., 2003. How do bacteria interact with minerals, Hydrometallurgy 71: 75-81.
- Dagenais A.M., 2005. Techniques du contrôle du drainage minier acide basées sur les effets capillaires. Thèse de doctorat inédite, École Polytechnique de Montréal, Université de Montréal. Montréal-UQAT, Québec, Canada.
- Demers I, Bussiere B, Mbonimpa M, Benzaazoua M., 2009. Oxygen diffusion and consumption in low-sulphide tailings covers.

- Demers, 1., Bussiere, B., Benzaazoua, M., Mbonimpa, M., Blier, A., 2008. Column test investigation on the performance of monolayer covers made of desulphurized tailings to prevent acid mine drainage.
- Demers, I.M.; Bouda, M.; Mbonimpa, M.; Benzaazoua, D.; Bois, M.; Gagnon, M. 2015. Valorization of acid mine drainage treatment sludge as remediation component to control acid generation from mine wastes, part 2: Field experimentation. Minerais Eng., 76, 117–125.
- Demers, I., Mbonimpa, M., Benzaazoua, M., Bouda, M., Awoh, S., Lortie, S., Gagnon, M., 2017. Use of acid mine drainage treatment sludge by combination with a natural soil as an oxygen barrier cover for mine waste reclamation: Laboratory column tests and intermediate scale field tests, Minerals Engineering, Volume 107, Pages 43-52.
- **Deschamps T., 2009.** study of the physical and hydrogeochemical behaviour of surface paste disposal.
- Djili, I., Touat, M., 2016. Conception d'un plan de tir pour l'exploitation du niveau 1160m du gisement AMMALBOUCAID « Tissemsilt ».
- Doye I., 2005. Évaluation de la capacité de matériaux industriels alcalins à neutraliser des et stériles miniers acides. Thèse de doctorat inédite, Programme interuniversitaire en sciences de la terre. Faculté des sciences et de génie à la Faculté des études supérieures de l'Université Laval. Québec, Canada.
- **Dufresne, K.,** 2015. Traitement de polissage de drainage minier acide par marais épurateur. Mémoire de maîtrise. Université du Québec en Abitibi.
- Earthworks Fact Sheet » [Hardrock Mining and Acid Mine Drainage, 2002; http://www.earthworksaction.org/pubs/FS_AMD.pdf]
- El Hachimi., 2016. Impact d'un site minier abandonné sur l'environnement : cas de la mine de Zeïda (Haute Moulouya, Maroc), p5-8.
- Environmental, Health and Safety Guidelines for Mining », [1 IFC/World Bank (December 2007)]; [http://www.ifc.org/].
- Éthier, M., 2011. Evaluation du comportement géochimique en conditions normale et froides de différents stériles présents sur le site de la mine raglan.
- Fatahi, M.R., Farzanegan, A. 2018. An analysis of multiphase flow and solids separation inside Knelson Concentrator based on four-way coupling of CFD and DEM simulation methods, Minerals Engineering, Volume 126, Pages 130-144.

- Frostad, S., Klein, B., Lawrence, R.W., 2002. Evaluation of Laboratory Kinetic Test Methods for Measuring Rates of Weathering. Mine Water and the Environment.
- GAZEA.B., 1995. Comparison of Static Test Techniques for the Prediction of Acid Rock Drainage in Polymetallic Sulphide Mines. Solution for pollution prevention.
- Godbout, J., Bussiere, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M., 2010. Influence of pyrrhotite content on the mechanical and chemical behaviour of cemented paste backfill.
- Gosselin M, Aubertin M, Mbonimpa M., 2007. Évaluation de l'effet du degré de saturation sur la diffusion et la consommation d'oxygène dans les résidus miniers sulfureux.
- Hamdi, J., 2011. Mesures expérimentales des concentrations en oxygène sur le terrain et modélisations numériques pour évaluer le flux de diffusion dans la couverture du site minier LTA. Mémoire de maîtrise inédit en Sciences appliquées (Génie Minéral), École Polytechnique de Montréal, Québec, Canada.
- Holland-Batt, 1998. Gravity separation: a revitalized technology. Mining Engineering(Colorado)(USA) p43-48.
- Hornberger, RJ., Brady, K.B.C, 1998. Kinetic Tests for the Prediction of Mine Drainage Quality in Coal mine Drainage Prediction and Pollution Prevention in Pennsylvania. The Pennsylvania Department of Environmental Protection.
- Ilhwan Park, Carlito Baltazar Tabelin, Sanghee Jeon, Xinlong Li, Kensuke Seno, Mayumi Ito, Naoki Hiroyoshi, 2019. A review of recent strategies for acid mine drainage prevention and mine tailings recycling, doi: 10.1016/j.chemosphere.
- Issaad, M, Boutaleb, A ;Kolli, O., 2019. Environmental characterazation of mine waste at the pb-zn Sidi Kamber abandoned mine (NE Algeria).
- Jaques, F, 1998. Le soutènement des galeries miniers », école des mines de paris.
- Johnson, B; Hallberg, K., 2005. Acid mine drainage remediation options: a review.
- Jouini, M., Neculita, C.M., Genty, T., Benzaazoua, M., 2020. Environmental behavior of metal-rich residues from the passive treatment of acid mine drainage. Sci. Total Environ. 712, 136541.
- Kalonji, Alex Kabambi, 2020. Évaluation du comportement hydrogéologique et géochimique de recouvrements faits de matériaux miniers pour contrôler la contamination provenant de résidus miniers fortement réactifs.
- Kalyoncu G, Ergulern Z., 2020. The evaluation of acid mine drainage by kinetic procedures and empirical models for field scale behaviour.

- Kaplan, M.C. Jegou, A. Chaufer, B. Rabiller- Baudry M. et Michalsky M.C., 2002. Adsorption of lysozyme on membrane material and cleaning with non-anionic surfactant characteried through contact angle measurement, Desalination, p 149-154.
- Karine P, 2017. Evaluation en laboratoire de recouvrements spécifiquement adaptés au contrôle du drainage neutre contaminé, p22-24.
- Khalfi, A, Belamri, T, 2020. Neutralisation des drainages miniers acides par l'utilisation des matériaux naturels.
- Lawrence, R. W; Wang., 1997. Determination of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage. Mine Environment Neutral Drainage, Nat. Resour. Canada, Ottawa, p 449-464.
- Lessard, F., 2018. Evaluation des couvertures isolantes avec effets de barrière capillaire faites de résidus désulfurés afin de contrôler le drainage minier acide en conditions nordiques.
- Lounate, K., Coudert, L., Genty, T., Mercier, G., Blais, JF., 2020. Geochemical behavior and stabilization of spent sulfate-reducing biofilter mixtures for treatment of acid mine drainage, Science of The Total Environment, Volume 718, 137394.
- Mbonimpa, M., Aubertin, M., Aachib, M., Bussière., 2003. Diffusion and consumption of oxygen in unsaturated cover materials. Canadian Geotechnical Journal.
- Mbuya, B.I., Kawama F.N., Nkulu G.N., 2018. Caractérisation environnementale et valorisation par lixiviation des rejets de flottation. ACASTI and CEDESURK Online Journal, Congo sciences, v6.
- Medjitena, M., Medkour, I., Merchichi, A., 2017. Traitement et caractérisation des rejets de la mine de Boucaid (W.Tissemsilt) et de la mine de Kherzet Youcef (W.Sétif), Projet de fin d'études, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.
- Melanson, M., 2006. Analyse d'un système de traitement passif pour le site de la mine Eustis. Mémoire : Environnement. Canada : Université de Sherbrooke.
- Mend R., 2004. Review of Water quality issues in neutral pH Drainage : Priorities for the Mining Industry in Canada ; MEND Report 10.1]; p13-14.
- Merchichi, A., 2013. Etude géochimique et traitement des rejets de la digue provenant de la mine de Kherzet Youcef et Chaabet El Hamra.Mémoire de magister : Mine et environnement.Algérie : Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.

- Mermillod-Blondin, R. 2005. Influence des propriétés superficielles de la pyrite sur la rétention de molécules organiques soufrées : application à la désulfuration des résidus miniers.
- Miller, S.D; Jeffery, J.J; Wong, J.W.C., 1991. Use and misuse of the acid-base account for AMD prediction. 2ème Conférence Internationale sur la Réduction des Eaux de Drainage Acides, Montréal.
- Mineo C, 2000. Review of potential environmental and social impact of mining.
- Neculita, C.M, Zagury, G.J, Bussière, B., 2007. Passive treatment of AMD in bioreactors using sulphate-reducing bacteria. J.Environ.Qual.36, 1–16.
- Nordstrom, DK., Alpers CN., Ptacek, CJ and Blowes, DW.2000. Environmental Science & Technology, 34 (2), 254-258.
- Ouakibi, O., Loqman, S., Hakkou, R., Benzaazoua, M., 2013. The potential use of phosphatic limestone wastes in the passive treatment of AMD: A laboratory study. Mine Water Environ. 32, 266–277.
- Ouangrawa, M., Molson, J.W., Aubertin, M., Zagury, G., and Bussière, B., 2006. The effect of water Table elevation on acid mine drainage from reactive tailings: a laboratory and numerical modeling study.
- Park, I., Tabelin, CB., Jeon, S., Li, X., Seno, K., Ito, M., Hiroyoshi, N., 2019. A review of recent strategies for acid mine drainage prevention and mine tailings recycling, Chemosphere, Volume 219, Pages 588-606.
- Pelletier-A., 2014. Caractérisation et neutralisation du drainage minier acide par une dolomie à haute, Université de sherbrook.
- Pépin, G, 2009. Évaluation du comportement géochimique des stériles potentiellement générateurs de drainage neutre contaminé à l'aide de cellules expérimentales in situ. Mémoire de Maîtrise inédit, Génie minéral, Université de Montréal, Québec, Canada.
- Plante, B., 2010. Evaluation des principaux facteurs d'influence sur la prédiction du drainage neutre contaminé. Thèse de doctorat inédite, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), Québec, Canada.
- Pouliot S., 2019. Utilisation de mélanges paste rock réactifs dans des recouvrements miniers.
- Qureshi, A., Bussière, B., Benzaazoua, M., Boulanger, M., 2021. Geochemical assessment of desulphurized tailings as cover material in cold climates.

- Sapsford, D.J., Bowell, R.J., Dey, M., Williams, K.P., 2009. Humidity cell tests for the prediction of acid rock drainage. Minerais Engineering.
- Sekendri, 2004. Rapport sur l'exploitation du gisement de calcaire de Batha, Tissemsilt .Mine de BOUCAID.
- Seklaoui, M ; Boutaleb, A ; Benali, H. 2016. Environmental assessment of mining industry solid pollution in the mercurial district of Azzaba, northeast Algeria.
- Skousen, J., Zipper, C.E., Rose, A., Ziemkiewicz, P.F., Nairn, R., McDonald, L.M., Kleinmann, R.L., 2017. Review of passive systems for acid mine drainage treatment. Mine Water Environ. 36, 133-153.
- Sobek, A SCHULLER, A; William A ; FREEMAN, John R. 1978. Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils[en ligne].office of reaserch and development, Washington.
- Sorrenti S, 2007, Étude de la passivation de la pyrite : chimie de surface et réactivité. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2007. Français. (<u>NNT :</u> 2007INPL054N). (tel-01752848)
- Sorrenti, E., 2007. Etude de la Passivation de la Pyrite: Chimie de Surface et Réactivité.
- Soualhi H., Kadri E.H., Ngo T.T, Bouvet A, Cussigh, F, Kenai S., 2014. A vane rheometer for fresh mortar: development and validation, Applied Rheology, vol. 24.
- Taha, Y., 2017. Valorisation des rejets miniers dans la fabrication de briques cuites: évaluations technique et environnementale, Doctorat en sciences de l'environnement, université du Québec en abitibi témiscamingue.
- Taha, Y., Benzaazoua, M., Edahbi, M., Mansori, M., Hakkou, R., 2018. Leaching and geochemical behavior of fired bricks containing coal wastes, Journal of Environmental Management, Volume 209, Pages 227-235.
- Taha,Y..Benarchid Y et Benzaazoua,M., 2019. Environmental behavior of waste rocks based concrete: Leaching performance assessment.
- U.S. Environmental Protection Agency., Title 40 Code of Federal Regulations, Section 70.2. <u>http://www.gpo.gov/fdsys/</u> pkg/CFR-2009-title40-vol15/xml/CFR-2009-title40vol15- part70.xml]
- Verhoeven, J.T.A. et Meuleman, A.F.M. 1999. Wetlands for wastewater treatment: Opportunities and limitations. Ecological Engineering 12:5–12.

- Villeneuve, 2004. Évaluation du comportement géochimique à long terme de rejets miniers à faible potentiel de génération d'acide à l'aide d'essais cinétiques. Mémoire de maîrise. École Polytechnique de Montréal, Montréal, Québec.
- Vualu Ibula Mambenga, Patrick, 2020. Approche de caractérisation géochimique et géo-environnementale d'un projet minier dans le contexte de fond géochimique naturellement élevé et/ou anthropisé : application aux secteurs miniers Siscoe-Sullivan-Marban, Val-d'Or, Canada.
- Wills, B.A., 2001. Mineral processing technology, an introduction to the practical aspect of ore treatment and mineral recovery, Sixth Edition, Butterworth, p 269 273.
- Xu, DM., Zhan, CL., Liu, HX. 2019. A critical review on environmental implications, recycling strategies, and ecological remediation for mine tailings. *Environ Sci Pollut Res* 26, 35657–35669.
- Zeghari, A., 2013. Etude des blocs diachrones resédimentés dans le "flysch albo-aptien" (grand pic de l'ouarsenis) : cartographie et aspects sédimentologique.