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





UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA - BEJAIA FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DES MINES

MEMOIRE DE FIN DE CYCLE

Présenté par Mr. BATTOU Karim Mr. BOUALILI Si Yakoub

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Option : Valorisation des Ressources Minérales

Thème

Evaluation des caractéristiques chimiques et minéralogiques dans le procédé de traitement du minerai de phosphate de gisement de Kef es sennoun de Djebel Onk (Tebessa)

Soutenu le 02 juillet 2015 devant les jury:

M^{me}SOUICI ZahiaM^rAYADI BrahimM^{me}MALEK Nouara

Présidente Examinateur Encadreur MCB Univ-Béjaia MAA Univ-Béjaia MCB Univ-Béjaia

Année Universitaire : 2014-2015

Remerciements

Au premier lieu nous tenons à remercier le bon Dieu le tout puissant qui nous à donné le courage de mener à terme ce modeste travail

Nous tenons également à exprimer nous remerciements les plus sincères et les plus profonds à

Notre promotrice Mme. N. Malek, pour son encadrement, et sa disponibilité, qu'elle trouve ici l'expression de notre profonde reconnaissance.

Nous tenons aussi à exprimer notre gratitude à l'ensemble des membres de jury, qui nous on fait l'honneur, en acceptant d'examiner ce travail.

En fin, nous tenons à remercier toutes les personnes ayant contribué de prés ou de loin à la réalisation de ce travail.

Merci

Dédicaces

Avec l'aide de Dieu le tout puissant,

JE DEDIE CE MODESTE TRAVAIL :

À mon père, mon ange gardien, qui sans lui je ne puisse Ni vivre ni arrivé à ce que je suis.

À ma mère, la lumière de ma vie, J'espère qu'un jour mon bon Dieu me donne l'occasion de les honorer et rendre ce qu'ils méritent.

A mes chers frères et soeurs.

A mes grands parents.

A mes oncles et tantes, cousins et cousines.

A tout mes ami(e)s.

B.Si Yakoub

Dédicaces

Avec l'aide de Dieu le tout puissant,

JE DEDIE CE MODESTE TRAVAIL :

À mon père, mon ange gardien, qui sans lui je ne puisse Ni vivre ni arrivé à ce que je suis.

À ma mère, la lumière de ma vie, J'espère qu'un jour mon bon Dieu me donne l'occasion de les honorer et rendre ce qu'ils méritent.

A ma chère sœur.

A mon frère.

A ma chère copine.

A mes grands parents.

A mes oncles et tantes, cousins et cousines.

A tout mes ami(e)s.

B.karim

GLOSSAIRE

Diffraction : Déviation que subit la direction de propagation des ondes (lumineuses ou rayons X) lorsque celle-ci rencontrent un obstacle ou une ouverture dont les dimensions sont du même ordre de grandeur que leur longueur d'onde (la diffraction des rayons X sert à identifier les minéraux).

Granulométrie : Mesure des dimensions des grains d'un mélange dont le résultat est présenté sous forme de répartition statistique (distribution).

Minerai : Elément de terrain contenant des minéraux utile en proportion appréciable, et qui demandent un traitement pour être utilisé par l'industrie.

Minéralogie : Branche de la géologie qui traite des minéraux, de leurs propriétés chimiques et physiques ainsi que de leur identification.

Minéralurgie : Ensemble des procédés par lesquels un minerai brut extrait d'une mine est séparé afin de le débarrasser des minéraux indésirables dont la valeur est négligeable.

Minéraux : Solides naturels homogènes. Habituellement formé par des procédés inorganiques, dont la composition est définie et qui présentent un arrangement atomique ordonné.

Pulpe : Mélange solide/liquide dont la principale caractéristique est le pourcentage de solides qu'il contient

Refus : Partie de l'échantillon qui n'est pas passée à travers les mailles du tamis, la partie des grains retenue dans un tamis.

Refus cumulé : C'est la somme de tous les refus, celui du tamis lui-même plus tous les refus des tamis de maille plus grande. Il peut être exprimé en gramme ou en pourcentage de refus cumulés.

Tamisât : Partie de l'échantillon passé à travers les mailles du tamis.

LISTE DES ABREVIATIONS

CC	Coefficient de courbure Cc
Cu	Coefficient de Hazan
DRX	La diffraction des rayons X
d _v	Diamètre équivalent en volume
dsv	Diamètre en surface / volume
D	Diamètre du plus gros grain
S ₀	Surface spécifique
di	Diamètre moyen
M _i	Masse des passants
TPL	Tri basic phosphate of lime
BPL	Bone phosphate of lime
NI	Phase minéralogique non identifiée dans cet échantillon
Tm	Taille moyenne des cristaux identifiés à différentes valeur de 2 théta pour la même phase minéralogique

LISTE DES FIGURES

FIGURE	TIGURE TITRE				
Figure I.1	Gisement économique et potentiellement économique				
Figure I.2	Les gisements de Djebel Onk				
Figure I.3	Contexte géologique la région de Djebel Onk				
Figure II.1	e II.1 Schéma technologique de la préparation mécanique				
Figure II.2	igure II.2 Schéma Technologique De la voie humide (Atelier Débourbage)				
Figure II.3	E II.3 Schéma technologique de traitement par voix sèche				
Figure III.1	Schéma présentatif des étapes de la préparation mécanique	41			
Figure III.2	Illustration de la loi de Bragg et de l'indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (hkl)	43			
Figure VI.1	Schéma de prélèvement des différents échantillons en voie sèche et humide	45			
Figure VI.2	Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 30A	46			
Figure VI.3	Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 34	46			
Figure VI.4	Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 45	47			
Figure VI.5Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 90					
Figure VI.6Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 33A					
Figure VI.7Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 91					
Figure VI.8	igure VI.8 Diffractogramme des globale de chaque échantillons				
Figure VI.9	Diffractogramme des fractions granulométrique de 30A.				
Figure VI.10	Diffractogramme des fractions granulométrique de 33A	59			
Figure VI.11	Diffractogramme des fractions granulométrique de l'échantillon de 34	60			
Figure VI.12	Diffractogramme des fractions granulométrique de l'échantillon de 45	61			
Figure VI.13	Diffractogramme des fractions granulométrique de l'échantillon de produit marchant 90	62			
Figure VI.14	Diffractogramme des fractions granulométrique de l'échantillon de produit marchant 91	63			
Figure VI.15	Figure VI.15 Diffractogramme des fractions granulométrique fine de tous les échantillons				
Figure VI.16	igure VI.16 Diffractogramme des fractions granulométrique intermédiaire de tous les échantillons				
Figure VI.17	Diffractogramme des fractions granulométrique grossière de tous les échantillons	66			

LISTE DES TABLEAUX

Tableau	Titre			
Tableau I.1	Les minerais de phosphates			
Tableau I.2	Propriétés de phosphate			
Tableau I.3	La production du phosphate dans le monde			
Tableau I.4	Composition chimique de phosphate	22		
Tableau I.5	Composition minéralogique du phosphate	22		
Tableau I.6	Tableau comparatif	23		
Tableau III.1	Caractéristiques du concasseur à mâchoire.	39		
Tableau III.2	Caractéristiques de broyeur planétaire utilisé au laboratoire Mines et Géologie (Ex Technologie des Matériaux).	40		
Tableau III.3	Caractéristiques de la tamiseuse électrique	41		
Tableau IV.1	Listes des échantillons prélevés au niveau de la chaîne de traitement en voie humide et en voie sèche	44		
Tableau IV.2	Diamètres et coefficients caractéristiques des différents échantillons prélevés (30A, 34, 45, 90, 33A, 91)			
Tableau IV.3	Variation des diamètres équivalents en volume dv, en surface volumique dsv et la surface spécifique au long de la chaine de traitement	50		
Tableau IV.4	Analyses chimiques du phosphate beige de Kef Es Senoun de 30A	50		
Tableau IV.5	Analyses chimiques du phosphate beige de Kef Es Senoun de 34	51		
Tableau IV.6	Analyses chimiques du phosphate beige de Kef Es Senoun de 45	51		
Tableau IV.7	Analyses chimiques du phosphate beige de Kef Es Senoun de 90	52		
Tableau IV.9	Analyses chimiques du phosphate beige de Kef Es Senoun de 91			
Tableau IV.10composition minéralogique de minerai de phosphate beige de Kef E Senoun		54		
Tableau IV.11	Variation de la dimension de la maille élémentaire a (A°), de la taille moyenne des cristaux dans la chaine de traitement	68		

Sommaire

Introduction générale

CHAPTRE I

GENERALITES SUR LE MINERAI DE PHOSPHATE PHOSPHATE DE DJEBEL ONK

I.1 Généralités sur le phosphate	3
I.1.1 Les minerais de phosphate	
I.1.2 Les apatites	4
I.1.3 Les différents types de phosphates	5
I.1.4 Propriété de phosphate	6
I.1.5 Caractéristiques générales des phosphates	6
I.1.5.1 Caractéristiques pétrographiques	6
I.1.5.2 Caractéristiques minéralogiques	6
I.1.5.3 Caractéristiques morphologiques	7
I.1.6 Origine de phosphate	7
I.6.1 les gisements ignés	8
I.6.2 Les gisements sédimentaires	8
I.1.7 Production mondiale de phosphate	9
I.1.8 Domaine utilisation des phosphates	10
I.1.8.1 Dans le domaine de construction	11
I.1.9 Qualité de phosphate	11
I.2 Généralités sur le complexe minier de Djebel Onk	12
I.2.1 Historique	12

I.2.2 Situation géographique	13
I.2.2.1 Le gîte potentiel de Kef-Es Senoun	
I.2.2.2 Le gisement de Djemi Djema	15
I.2.2.3 Le gîte potentiel de Bled El Hadba	15
I.2.2.4 Le gîte potentiel de Djebel Onk Nord	15
I.2.2.5 Le gîte potentiel de Oued Bétita	16
I.2.3 Présentation des phosphates de Kef Es Sennoun	16
I.2.4 Contexte géologique	17
I.2.4.1 Stratigraphie	17
I.2.4.1.1 Crétacé	17
I.2.4.1.2 Tertiaire	17
I.2.4.1.3 Eocene	17
I.2.4.1.4 Miocène	
I.2.4.2 Quaternaire	18
I.2.5 Exploitation du phosphate de la mine de djebel-Onk	20
I.2.6 Caractéristiques du minerai de phosphate de Djebel Onk	20
I.2.6.1 Les caractéristiques minéralogiques	20
I.2.6.2 Les caractéristiques chimiques	20
I.2.6.3 Caractéristiques pétrographiques	21
I.2.7 Composition chimique de minerai de phosphate de Djebel Onk	21
I.2.8 Composition minéralogique du minerai de phosphate de Djebel On	k 2 1
I.2.9 Réserves Exploitables	22
I.2.10 La qualité de phosphate de Djebel Onk	22
I.3 Conclusion	24

CHAPITRE II

PROCEDES DE TRAITEMENT MINERALURGIQUE DE MINERAI DE PHOSPHATE

II.1 Méthode de traitement et d'enrichissement de minerai de phosphate	25
II.1.1 La fragmentation	25
II.1.2 Classement granulométrique	25
II.1.3 Le débourbage	26
II.1.4 Le séchage	26
II.1.5 La calcination	26
II.1.6 Séparation magnétique	26
II.1.7 Séparation électrostatique	26
II.1.8 La flottation	27
II.2 La Chaine De Traitement de la mine de SOMIPHOS	27
II.2.1. Préparation Mécanique	27
II.2.1.1 Concassage	27
II.2.1.1.1 Caractéristique du Concasseur de Djemi Djema	28
II.2.1.1.2 Caractéristique du Concasseur De Kef Essennoun	28
II.2.1.2 Broyage	28
II.2.1.2.1 Caractéristiques des broyeurs	29
II.2.1.3 Criblage	29
II.3 Traitement Par Voie Humide	31
II.3.1 Débourbage	31
II.3.1.2 Principe	31
II.3.2 Séchage	31
II.3.2.1 Séchage par four de calcination	31
II.3.2.2 Séchage par four horizontal	32
II.4 Traitement Par Voie Sèche (Dépoussiérage)	34
II.4.1 Séchage à lit fluidisé	34
II.4.2 Criblage à 2 mm	34

II.4.3 Broyage à attrition	34
II.4.4 Sélection par une turbo sélection ventilée	35
II.4.5 Criblage à 0,8 mm	35
II.5 Conclusion	37

CHAPITRE III METHODE ET MATEREIL

III.1 Préparation mécanique	
III.1.1 Homogénéisation	
III.1.2 Quartage	
III.1.3 Concassage	
III.1.4 Broyage	
III.1.5 Tamisage	40
III.2 Analyse granulométrique	41
III.3 Analyse chimique	42
III.4 Analyse par La diffraction des rayons X (DRX)	42

CHAPITRE IV

RESULTAT ET DISCUTION

IV.1 Introduction	.44
IV.2 Caractérisation du minerai de phosphate de Kef Es Senoun	. 45
IV.2.1 Analyse granulométrique	.45
IV.2.2 Analyse chimique	.50
IV.2.3 Analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX)	.54
IV.2.3.1 Composition minéralogiques des échantillons globaux	.54
II.2.3.2 Composition minéralogique des fractions granulométriques	.56

IV.2.3.3 Effet de traitement sur les propriétés physiques du phosphate 67
IV.3 Conclusion
Conclusion générale
Références bibliographiques

INTRODUCTION GENERALE

On vie aujourd'hui dans un monde ou la demande en matière première s'accroit d'une année à une autre à cause de l'explosion démographique, parmi ces matières premières que l'homme de jour utilise énormément, le phosphate qui occupe une partie non négligeable dans le marché international, le phosphate trouve une vaste utilisation dans l'agriculture pour la préparation des engrais et l'industrie chimique comme la production de l'acide phosphorique, ainsi que dans la production de quelque produits pharmaceutique.

L'Algérie est l'un des importants producteurs de phosphate dans le monde avec une capacité de production estimé de 2,3 à 2,5 million de tonnes par an, grâce aux gisements de Djebel Onk situés dans le Sud Est de la région de Tebessa, à 100 km de la ville de Tebessa et à une vingtaines de km de la frontière Algéro-tunisienne, dont les ressources prouvées du gisement de Djebel Onk sont estimées à plus de 2 milliard de tonnes de phosphates, il sont exploités par la société minière des phosphates SOMIPHOS.

Dans le cadre de notre travail, nous nous somme intéressé à l'étude de l'évolution des caractéristiques chimiques et minéralogiques de minerai de phosphate beige de gisement de Kef Es Sennoun de son extraction jusqu'au produit fini. Pour réaliser cette étude, nous avons effectué des prélèvements des échantillons de Djebel Onk, à savoir : Alimentation de la chaine de traitement (30A), produit criblé (33A), produit débourbé (34), produit marchant débourbé (90), refus débourbage (45), produit marchant dépoussiéré (90). Ces derniers seront destinés après préparation mécanique au diverses analyses granulométriques, chimiques (dosage de P_2O_5 , CaO, MgO, et calcimétrie de CO_2) et minéralogiques dans le but afin de suivre leur évolution du produit brut (tout venant) jusqu'au produit fini de la chaine de traitement (produit marchand). [01]

La préparation des échantillons et les diverses analyses chimiques sont réalisées au laboratoire des analyses chimiques du complexe minier de Djebel Onk pendant notre stage de 20 jour, par contre la caractérisation minéralogique est réalisé au laboratoire de Génie des Procédés de l'université A-Mira -Béjaia. Ce travail s'articule sur quatre chapitres :

Chapitre I : Porte des généralités sur les phosphates ;

Chapitre II : Donne un aperçus sur les procédés du traitement minéralurgique du minerai de phosphate;

Chapitre III: rassemble les méthodes et matériels utilisés pour la réalisation de cette étude;

Chapitre IV: rassemble les résultats des différentes analyses chimiques et minéralogiques

Enfin, nous terminons par une conclusion générale.

CHAPITRE I

GENERALITES SUR LE PHOSPHATE ET LE COMPLEXE MINIER DE DJEBEL ONK

I.1 Généralités sur le phosphate

Le phosphore (P) (du grec Phos: lumière et Phoros : qui apporte) est un élément qui est largement distribué dans la nature. Il est considéré, avec l'azote (N) et le potassium (K), comme un constituant fondamental de la vie des plantes et des animaux. Le phosphore a un rôle dans une série de fonctions du métabolisme de la plante et il est l'un des éléments nutritifs essentiels nécessaires pour la croissance et le développement des végétaux. [1]

La découverte du phosphore remonte à 1669, par l'alchimiste hambourgeois Hennig Brandt (1669). C'est probablement le seul élément isolé initialement dans de la matière organique animale, puis végétale.

Le phosphore provient de l'altération des roches, il est présent en quantités variables dans les minéraux silicatés, et surtout il entre dans la composition de prés de 200 minéraux phosphatés, le principal minéral des sols est l'apatite. Il n'a été identifié dans l'apatite qu'en 1779 par Torben Bergman et Joseph Louis Proust.

Les phosphates naturels sont des minéraux formés par l'association d'ions métalliques avec l'ion phosphate PO_4^{-3} . Ils comprennent plus de 200 espèces minéralogiques. Le terme général de phosphate naturel recouvre un ensemble de minéraux complexe d'origine diverse.

Le phosphate est le composant de ces roches ayant un intérêt agronomique. Plus le contenu en phosphate (P_2O_5) sous forme d'apatite est élevé, plus le potentiel économique du minerai est grand. Les facteurs qui sont importants dans la conversion chimique des PN en engrais (carbonates libres, fer (Fe), aluminium (Al), magnésium (Mg) et chlorure) ne sont souvent pas importants quand la roche doit être employée en application directe.

Les roches phosphaté sont essentiellement constituées de phosphate tricalcique Ca(PO₄)₂, minéral très légèrement soluble dans les eaux chargées de gaz carbonique, les phosphates proviennent à l'origine des minéraux phosphaté des roches éruptives et métamorphique dont le plus commun est l'apatite. Par dissolution, l'apatite libère des

phosphates, et ces derniers sont entrainé par les eaux courante jusqu'à la mer. Les phosphates mis en solution sont utilisés pas les organismes des végétaux et animaux. Les os des vertèbre en contiennent jusqu'à 60%, les dents jusqu'à 90%. Les invétèbre contiennent aussi une quantité de phosphates. [02].

I.1.1Minerais de phosphate

\mathbf{N}°	Désignation	Poids spécifique	Dureté	Couleur	Formule Chimiques
01	Xénolite	4,4—5,1	4-5	Brun, jaunâtre	YPO ₄
02	Monazite	4,6-5,4	5-5,5	Brun, rouge, vert	(Ce, La, Th)PO ₄
03	Ambylgonite	2,9-3,1	5,5-6,5	Blanc à lait	(Li,Na)Al.(PO ₄) ₂ (Fe,OH)
04	Apatite	3-3,2	5	Vert, bleu, Transparent	Ca ₅ (PO ₄) ₃ (F, Cl, OH)
05	Pyromorphite	6,5-7,1	3,5-4	Variable	Pb ₅ (PO ₄) ₃ Cl
06	Turquoise	2,6-2,8	5-6	Bleu ciel, vert	$Cu,Al_6(PO_4)_4(OM)_85H_2O$
07	Chalcosiderite	3,25	4,5	Vert, Transparent	CuFe ₆ (PO ₄) ₄ (OH) 8H2O
08	Libethentite	3,90	4	Vert olive	PO ₄ OH
09	Iazulite	3,1	5-6	Bleu azure	(Mg,Fe) Al ₂ (PO ₄) ₂ (OH) ₃ 5H ₂ O
10	Wavelline	2,3	3,5-4	Incolore, blanc	Al ₃ (PO ₄) ₂ (OH) ₃ 5H ₂ O
11	Childrenite	3,2	5	Brun, jaune	$(Fe,Mn)Al(PO_4)(OH)2H_2O$
12	Pseudomalachite	4-4,3	4,5-5	Vert	$Cu_5(PO_4)_2(OH)4H_2O$

Tableau I.1 : Les minerais de phosphates

D'autres minéraux secondaires de certain gisement de phosphate sont également signalés dans les dépôts sédimentaires tels que les phosphates de terre rares et d'uranium, cependant, les minéraux les plus répondus sont les apatites [3].

I.1.2 Les apatites

Les apatites sont présentes en abondance dans le milieu naturel et sont exploitées principalement en tant que source de phosphate pour l'industrie des engrais. On les retrouve généralement associées aux granites ou bien dans le fonctionnement sédimentaire argileux

L'apatite est le phosphate le plus abondant sur terre, c'est également le constituant principal des dents et des os.

Les apatites constituent une famille de minéraux définie par la formule chimique $Me_{10}(XO_4)_6Y_2$, où Me^{2+} représente un cation divalent généralement (Ca^{2+} ou encore Cd^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Ba^{2+} ...), XO_4 un groupement anionique trivalent comme (PO_4 , AsO_4 , VO_4^{3-} , $MnO_4...$) et Y⁻ un anion monovalent, le plus souvent (OH^- , Cl^- , F^-).

L'apatite de référence est la fluorapatite de formule $Ca_{10}(PO_4)_6F_2$ dans laquelle le fluor (F⁻) peut être remplacé par l'ion chlorure ou l'ion hydroxyle pour donner respectivement la chloroapatite et l'hydroxyapatite.[3]

I.1.3 Les différents types de phosphates

Différentes variété de phosphate peuvent se répartir sous plusieurs formes :

> Phosphate en grains:

Ce sont les plus répondus. La taille des grains est variable : en moyenne de quelques millimètres. La forme est également variable, la couleur la plus répandus est le jaune ou le brun. Les grains peuvent être amorphe ou cristallisés.

Phosphate en débris:

C'est le type de phosphate le plus frappant, mais relativement rare, il est formés de débris phosphaté : dents, écailles de poissons,...etc. la structure initiale est aisément reconnaissable au microscope. Ces débris peuvent être soit amorphe, soit cristallisés, les grains sont emballé dans un ciment, plus ou moins abondant.

> Phosphate en nodules:

Le phosphate épigénie une partie de la roche dans laquelle il est inclus, on trouve ainsi des nodules de couleur jaune dans la craie de l'Artois. Au lessivage de cette craie phosphatés à donné lieu à de petite concentration superficielle de sable phosphatés qui ont été exploités, vers l'utilisation du phosphate. [04]

I.1.4 Propriété de phosphate

Tableau I.2 : Propriétés de phosphate [5]

Ν	Paramètres	Phosphate		
1	Masse volumique	1,43		
2	Résistance a la compression	500-600		
3	Résistance a la traction	40-72		
4	Résistance au cisaillement	75-105		
5	Angle de frottement interne	50-60		
6	Résistance au tirage	15,16-18,40		
	- classe	П		
	- catégorie	7 à 8		
7	durabilité	5,026-5,936		
	- classe	Π		
	- catégorie	7		
8	Résistance a la destruction	3,79-4,6		
	- classe	Ι		
	- catégorie	4 a 5		
9	Coefficient de dureté	5-6		

I.1.5 Caractéristiques générales des phosphates

I.1.5.1Caractéristiques pétrographiques

Les roches peuvent avoir été plus au moins métamorphosés remaniés, altérées ou lessivées. Les phosphates se trouvent sous différentes formes géométriques et se divisent en 3 types de granulométrie qui sont :

- > Fine et homogène (100 à 20 μ m phospharénites fines).
- Moyenne et hétérogène (300 à 50 μm phospharénites).
- Grossière et hétérogène (800 μm à 0,3 mm phospharénorudites).

I.1.5.2 Caractéristiques minéralogiques

Une analyse du P2O5 total d'un minerai potentiel n'est pas un critère sûr pour estimer la teneur en apatite et évaluer un gisement de phosphate. Les minéraux accessoires non phosphatés les plus communs liés aux phosphates naturels (PN) sédimentaires sont le quartz, les argiles et les carbonates (dolomie et calcite). Les PN à ciment carbonaté sont particulièrement remarquables en raison de leur abondance. Le quartz peut se rencontrer en tant que grains détritiques ou en tant que variétés microcristallines. Il peut être particulièrement difficile de détecter un ciment siliceux dans des échantillons en utilisant la

microscopie optique en raison de sa nature anisotrope et de son apparence similaire à la francolite microcristalline. Les minéraux argileux et silicatés trouvés dans les PN sédimentaires comprennent des feldspaths et des micas (biotite et muscovite), l'illite, la kaolinite, les smectites ainsi que des zéolites. Les minéraux fréquemment liés à l'apatite magmatique comprennent la néphéline, les feldspaths alcalins, les micas, les pyroxènes et les amphiboles. Par contre, La calcite, la dolomie et la magnétite sont des minéraux souvent liés aux gisements d'apatite carbonatée. [04].

I.1.5.3 Caractéristiques morphologiques

Les fractions évoquées ci-dessous sont les plus fréquentes dans les exogangues des phosphatites qui peuvent éventuellement contenir encore, en plus ou moins grande quantité, du fer sous forme de sulfures, de carbonates ou d'oxydes, du gypse et parfois de la barytine. En absence d'oxydation secondaire trop forte, l'exogangue est souvent riche en matière organique, surtout lorsqu'elle est argileuse.

L'endogangue

L'endogangue est constituée par l'ensemble de la fraction non apatitique interne aux éléments phosphatés. Les minéraux les plus fréquents sont :

• Le quartz

Peut être fréquent dans l'endogangue des pellets phosphatés. Un pellet peut contenir plusieurs grains de quartz mais le plus souvent, il n'en contient qu'un seul autour duquel l'apatite est répartie en une ou plusieurs couches.

• La matière organique

C'est une endogangue constante des pellets qui n'ont pas subi une oxydation secondaire trop vive. Elle est répartie de manière quelconque, au centre, à la périphérie ou en couches concentriques.

L'exoganque

Présente dans la nomenclature des phosphatites une importance comparable à celle de la taille des grains phosphatés. Elle est caractérisée par sa composition minérale, la taille de ses grains ou cristaux et son abondance relative dans la roche. [4]

I.1.6 Origine de phosphate

Les gisements de phosphate de roche sont ou bien d'origine volcanique ou bien les restes des squelettes d'animaux marins qui consistent, comme pour les animaux terrestres, en un mélange de phosphates et de carbonates de calcium. Avec le temps, dans les fonds marins,

les carbonates ont été remplacés par du fluor ce qui a pour effet de rendre le minerai plus stable. Selon l'origine géologique, le gisement du phosphate se répartit en deux groupes :

I.1.6.1 les gisements ignés

Ils sont de teneur 37% en P_2O_5 , on les retrouve en générale, dans les terrains anciens dont les couches peuvent atteindre des dizaines de mètres d'épaisseur.

L'origine des gisements est igné est attribué en générale à l'intrusion du magma dans des roches cristalline qui ont naissance à des veines ou filons, ils sont peu nombreux et fournissent 12% de la production mondiale du phosphate. Dans ce genre de gisement, le phosphate est sous forme d'apatite bien cristallisée. Ce type de gisment se trouve dans la péninsule de KOLA et en OUGANDA.

Les apatites d'origine ignée dont la teneur en P_2O_5 permette d'obtenir facilement de superphosphate soluble dans l'eau, exige des précautions et des traitements en cours de fabrication car elle se caractérisent par une attaque acide qui comporte quelques difficultés.[4]

I.1.6.2 Les gisements sédimentaires

Ils recouvrent plus de 85% de la production mondiale, ils sont très répandus se rencontre dans des étages géologiques varié.

L'exploitation de ce genre de gisement est limitée et restreinte à cause de leur situation géographique, leur richesse en phosphate tricalcique et leurs dimensions.

L'origine de la formation de ces gisement n'est pas déterminé d'une façon précise, pour cela, plusieurs hypothèse sont émise dans le but d'expliqué et donner l'historique de cette formation. Parmi celle-ci, on peut citer :

a- La formation des dues lente accumulation de squelette et d'ossement dans les eaux calme, cette hypothèse s'est basée sur les innombrables débris d'animaux marins qui sont présenté dans les phosphates.

b- La formation des gisements des phosphates de la précipitation du phosphate aux fonds des mers peu profond, cette précipitation est attribué à un processus biochimique ou le plancton jouerait le rôle d'accumulateurs de phosphate biologique dans la zone ou elle se trouve.

c- La croisée des courants marins, le phosphate dissout dans océans viendrait se précipité, la température de la mer et sa teneur en calcium jouant un rôle important dans ce processus.[4]

I.1.7 Production mondiale de phosphate

Les réserves prouvées et probable de minerais de phosphate naturels connu dans le monde sont considérable, d'après l'inventaire du congrès géologique international, de Madrid (1928), c'est plus de 1000 ans de vie que représentent les réserves connues.

La production mondiale évaluée en million de tonnes de concentrés marchands est d'environ 130 million de tonnes par années. la majeure partie de cette production revient aux gisement sédimentaire avec un taux de 80%. Celle des gisements magmatiques et des gisements issus des guanos représentent respectivement environ 17% et 3%

Les quatre principaux producteurs de PN (Etats-Unis, Chine, Maroc et Sahara occidental, et Fédération de Russie) produisent environ 72 pour cent du total mondial. Les 12 principaux producteurs représentent plus de 93 pour cent du total mondial. Vingt autres pays produisent les 6 à 7 pour cent restants. [8]



Figure I.1: Gisement économique et potentiellement économique dans le monde

Pays	Production (10 ⁶ kg)	Part mondiale (%)	Réserve mondiale (10 ⁶ kg)
États-Unis	27 100	12,32	1 100 000
Algérie	1 500	0,68	2 200 000
Australie	2 600	1,18	1 030 000
Brésil	6 750	3,07	270 000
Chine	100 000	45,45	3 700 000
Égypte	6 000	2,73	715 000
Jordanie	6 000 2,73		1 300 000
Maroc et Sahara occidental	30 000	13,64	50 000 000
Russie	10 000	4,55	1 300 000
Arabie saoudite	3 000	1,36	211 000
Afrique du Sud	2 200	1,00	1 500 000
Tunisie	5 000	2,27	100 000
Total	220 000	100	67 000 000

 Tableau I.3 : La production du phosphate dans le monde[8]
 Participation

I.1.8 Domaines utilisation des phosphates

Actuellement, environ 90% de la production de ce minerai est utilisée par l'industrie pour fabriqué des engrais phosphatés et la fabrication de l'acide phosphorique, le reste étant employé dans la fabrication d'aliment de bétail, de détergeant et de produits chimique.

Dans la fabrication des engrais, il apporte ses qualité de fertilisation, la roche phosphatée naturelle d'une teneur moyenne 30% en P_2O_5 , constitue généralement la matière première pour la fabrication d'engrais phosphoré.

Dans l'alimentation il est employé pour les propriétés spécifiques du P_2O_5 dans le métabolisme

Dans la fabrication de l'acide phosphorique qui est la source de base d'importants composés industriels

Dans les détergeant, on l'utilise pour les propriétés séquestrantes, et chélatante de P_2O_5 Dans les textiles, les plastiques et le traitement de bois le P_2O_5 apporte des qualités de résistances à l'inflammation

En chimie, le phosphate est utilisés comme catalyseur, c'est une nouvelle famille de catalyseurs phosphatés qui à été développé telles que la fluorapatite et l'hydroxypatite cette dernière à une forte stabilité et affinité pour les composés organiques

En biomatériaux, les phosphates de calcium se sont imposés depuis plusieurs années, dans le domaine de biomatériaux à usage orthopédique, et pour la fabrication des verres optique.[7]

I.1.8.1Dans le domaine de construction

En construction routière, ou l'utilisation du phosphogypse à été envisagé seul en terrassement comme remblai routier, ou en assise de chaussée. Dans quelque pays cette utilisation à donné des résultats satisfaisant.

La production d'agglomérés, avec des mélanges phosphoplatre et sable ou des mélanges compactés de phosphogypse stabilisé à la chaux, la production de platre imitation marbre, la production de ciment anhydrite.

La production de plâtre (ou phosphoplatre), obtenu par conversion thermique, du sulfate de calcium dihydraté du phosphogypse en semi hydraté. Cette production fut la première application intéressante qui est passé à l'échelle industrielle grâce à la teneur élevée de phosphogypse en gypse et l'aspect thermique relativement simple de cette application. Les produits dérivés issus de cette technique sont : les enduis de plafonnage manuelle ou à la machine, les plaques de plâtre cartonnées avec ou sans isolant, les plâtres de collage, les carreaux de plâtre et enfin les enduits de joints.[7]

I.1.9 Qualité de phosphate

L'industrie des engrais phosphatés et de l'acide phosphorique absorbe plus de 90% de la production des concentrés de phosphates. Cependant, cette filière impose des exigences de qualité à ces phosphates. Ces critères sont en relation avec la nature des impuretés dans le minerai ainsi qu'avec l'importance de leur répercussion sur les processus de fabrication des engrais. On rencontre ainsi un grand nombre d'impuretés gênant ou même nuisibles.

Les paramètres de qualité sont ainsi liés directement aux teneurs limites en éléments majeurs et traces des produits marchands, parmi ces paramètres on cite la teneur en P_2O_5 , en MgO, Fe₂O₃, Al₂O₃, Na₂O et K₂O, SiO₂, Cl. et le taux de la matière organique. [2]

I.2 Généralités sur le complexe minier de Djebel Onk

FERPHOS, l'Entreprise Nationale du Fer et du Phosphate) est l'une des plus importante entreprises minières en Algérie. Dans ses activités d'exploitation des mines de phosphate, de fer et de pouzzolane, FERPHOS utilise les technologies et procédés les plus récents, recherche l'excellence, emploie les hommes qualifiés, intègres et motivés.

SOMIPHOS (Société des Mines de Phosphates) **Filiale de FERPHOS group.** Créée en janvier 2005, suite à la réorganisation de FERPHOS spa, SOMIPHOS est une société par action à capital public, détenu à 100% par FERPHOS group. Elle a pour objet la recherche, l'exploitation, le traitement, l'enrichissement, la transformation le transport et la commercialisation des phosphates et produits connexes ou analogues.[16]

I.2.1 Historique

Les phosphates Algériens ont été découverts à BOUGHARI par PH.THOMAS en 1873. Dans la période (1907 -1908) L.JOLEAU a découvert le gisement de djebel Onk., Ce n'est qu'en 1931 que ces phosphates font l'objet d'une première concession par la compagnie des phosphates de Constantine qui était le principal producteur en Algérie suite à laquelle fût créer la société S.D.O en 1936.

De 1961 à 1963, des essais de prospection radio métrique aéroportée sont effectués audessus du gisement de Djebel Onk. En 1963, les études géologique et minière précédant l'exploitation du gisement de Djemi Djema sont réalisées par la société SERMI. Ce n'est qu'en mois de Février 1965 que débute l'exploitation de Djemi Djema à Bir El Ater.

En 1971 à 1974, les travaux de recherche et de prospection sur les phosphates dans l'Est de l'Algérie qui ont été relancé par la SONAREM, sont suivis par une compagne de prospection et d'évaluation du district minier de Djebel Onk.

De 1985 - 1987, l'EN FERPHOS a confié à l'EREM des travaux de recherche et d'évaluation des ressources en phosphate de tous les gisements potentiels de la région du Djebel -Onk, notamment le gisement de KEF ESSENOUN. En Novembre 1989, l'EN FERPHOS fait connaître son cahier des charges pour des études de développement du Complexe minier de Djebel Onk

En Avril 1992, signature du contrat entre l'EN FERPHOS et le consultant BRGM/SOFREMINES concernant le rassemblement des éléments techniques et économiques permettant d'arrêter un projet de développement de l'exploitation des gisements de phosphate de Djebel Onk. En 1993, BRGM a fourni un rapport d'expertise géologique de tous les gisements de Djebel Onk.

En 2003, début d'exploitation d'un nouveau gisement qui est Kef Es Senoune

2005 Création de FERPHOS group, spa. Répondant aux exigences de son développement, en adoptant une stratégie de croissance soutenue et afin de mieux servir ses clients, une restructuration des activités par filiales a été mise en place.

En 2007 le gisement de Kef Es Senoun à subit un certain effondrement, qui conduit à l'arrêt immédiate de l'exploitation de phosphate noir. [16]

I.2.2 Situation géographique

La région du Djebel Onk est située en Nord-Ouest du Sahara Algérien. Précisément, à l'est de monts de Nemamcha appartenant à l'Atlas saharien, à une vingtaine de kilomètres de la frontière Algérienne- Tunisienne.

La région appartient à la wilaya de Tébessa. Dont elle est éloigne d'environ 100 km, la localité la plus importante est la ville de Bir El Ater.

Djebel Onk est un massif montagneux calcaire qui culmine à 1338 m et dont le flanc Nord descend en pente douce tandis que le flanc Sud plonge rapidement sous les dépôts du miocène et du quartenaire.

Cette région constitue la limite géographique naturelle entre les Hauts plateaux Constantinois et le domaine saharien. Le massif de Djebel Onk forme un ensemble calcaire de 20 Km de longueur qui culmine à 1198 m d'altitude au Djebel Tarfaya, ce massif constitue l'extrémité orientale des monts de Némemcha qui prolongent vers l'est le massif des Aurès, les altitudes les plus basses au pied du Djebel Onk sont d'environ 635 m. Du Nord vers le Sud, les gisements sont traversés par un réseau enchevêtré d'Oueds comblés par des alluvions torrentiels du quaternaire tel que : Oued el Abiod et oued El Bir. Tarfaya représente les affleurements de la couche productive au niveau du flanc sud de Djebel Onk. Ces coordonnées LAMBERT sont :

$$X = 981.5 - ... 984.5$$
$$Y = 168.0 - ... 170.0$$

Les côtes topographiques varient de 720m au Sud-ouest à 810m au Nord-est (dressant Nord).

Le climat est subaride, caractérisé par un régime continentale avec deux saisons très nette ; un hiver froid et rigoureux et un été où les températures peuvent dépasser 45°C. Les précipitations sont peu abondantes avec une moyenne de 300 mm / an

La région de Djebel Onk est subdivisée en 5 secteurs miniers: Gisement de Djemi Djema, Kef Essenoun, Djebel Onk Nord, Oued Betita et Bled El Hadba.[5]



Figure I.2 : les gisements de Djebel Onk

I.2.2.1 Le gîte potentiel de Kef-Es Senoun

Le gisement de Kef Es Senoun est situé à environ 02 Km à l'Ouest du gisement de Djemi Djema. Il s'étant sur une longueur de 2,7 Km et une largeur de 0,8 Km, ce qui correspond à une superficie de 2,1 km^{2.}

Le gisement de Kef Es Senoun est situé sur le flanc méridional de l'anticlinal crétacé de Djebel Onk.

Litho-logiquement le gisement de Kef Es Senoun est identique à celui de Djemi Djema, il se distingue de ce dernier par l'importance de la puissance de la couche phosphatée (couche productive) qui peut atteindre jusqu'à 43 m, et par des teneurs moyennes en P_2O_5 (25,05 à 27,94 %) de la couche productive plus riches comparativement à celles de Djemi Djema.

Les phosphates de la couche productive du gisement de Kef Essenoun titrent de 25,05 à 27,94 % en P₂O₅ (moyenne de 26,53%) et de 2 à 3% en MgO (moyenne de 2,61%). Le rapport moyen CaO/P₂O₅ varie de 1,6 à 1,87 (moyenne = 1,73 %).[14]

I.2.2.2 Le gisement de Djemi Djema

Situé à 5 km de sud-ouest de la ville de bir ater, la géométrie est plsu favorable pour l'exploitation puisque la couche de phosphate de 25 à 28m d'épaisseur n'est recouverte de 30 à 40m de stérile.[5]

I.2.2.3 Le gîte potentiel de Bled El Hadba

Situé à 14 Km Sud-est de Bir El Ater à 16 Km de la fontière algéro- tunisienne, présente également des caractéristiques moins favorable que celle des gîte de Djemi Djema et Kef Essnoun.[5]

La couche de phospharénites aussi épaisse que sur le flanc Sud du Djebel Onk (30 m). Il est hétérogène et se caractérise par importantes variables de composition, à basses teneuses à P_2O_5 (14 à 19 %) et fortes teneurs en MgO (6 à 10%).[16]

I.2.2.4 Le gîte potentiel de Djebel Onk Nord

Situé à 14 Km de l'usine de traitement de Djemi Djema. Il se trouve sur la bordure Ouest de bassin phosphate de Djebel Onk, ne présent pas des caractéristiques aussi régulières et favorable que celle des gisements de Djemi Djema et Kef Essnoun.

Ce gisement se caractérise par une bonne teneur en P_2O_5 (23 à 26%), leur épaisseur maximale de la couche de phosphate est de 14 à 18 m.[17]

I.2.2.5 Le gîte potentiel de Oued Bétita

Le gisement de Bétita est le plus éloigné les gisements étudie. Il est situé à 45 Km au Sud-est du centre minier du Djebel Djemi Djema. Ce gisement se caractérise par une teneur en P_2O_5 (25.5 à 27.5 %), leur épaisseur maximale de la couche de phosphate est de 35 à 45 m et moins 1% MgO.[5]

I.2.3 Présentation des phosphates de Kef Es Sennoun

Le gisement de Kef Es Sennoun n'est situé qu'à 2 Km à l'Ouest de la carrière de Djemi Djema [12].

C'est un gisement géologiquement bien connu et qui présente des conditions minières qui permettent une exploitation à ciel ouvert mécanisée classique :

L'importance du gisement se résume dans :

- la qualité de son minerai.
- Ses réserves.
- Ses conditions géo minières favorables.
- Ses paramètres techniques simples.
- Sa simplicité de point de vue exploitation (profondeur moins de 100 m, forte
- puissance de 25 à 35 m).

Le gisement de Kef Essenoun est caractérisé par :

- Une zone Nord dressant très accidentée.
- ▶ Un prolongement monoclinal des couches vers le Sud sous un angle de pendage (10-
- 12°) au-delà des affleurements et une autre Asexué plonge les couches phosphatées qui sont plus profondes.
- Un minerai riche en P₂0₅ qui varie entre 25,05 à 27,94 % pour une moyenne de 26,53
 % et pauvre en MgO dont la teneur varie entre 1,3 et 3 % pour une moyenne de2,61%.
- Absence de sable.
- Accès facile vers les autres parties (extension et avancement). [1]

I.2.4 Contexte géologique

I.2.4.1 Stratigraphie

Les sédiments les plus anciens reconnus dans la région de Djebel Onk sont du crétacé. Au Djebel Onk ou se fait actuellement l'exploitation on a de bas en haut.

I.2.4.1.1 Crétacé

Maestrichtien: *Calcaires* massifs, compacts (avec parfois des empreintes fossiles).

I.2.4.1.2 Tertiaire

> Paléocène

A-Danien : Il est caractérisé par des marnes et marnes Argileuses.

B- Montien : Calcaires, calcaires dolomitiques, lumachelles Avec intercalations de marnes et de dolomies.

C- Thanetien : Le Thane tien est subdivisé en deux parties :

Le Thanetien Inférieur : est représenté par des Schistes marneux à intercalation irrégulière de calcaire à gastéropodes, des intercalations phosphatées apparaissent dans la partie supérieure des marnes.

Le Thanetien Supérieur : est formé de phosphate de couleurs grise foncée ou brune on y passe des phosphates tendres en bas à des phosphates cuprolithiques à gros grains, on y rencontre aussi des débris de coquilles, des dents et des ossements de poissons. L'épaisseur de la couche est évaluée à 30 m, les variations lithologiques des couches phosphatées ont conduit à l'établissement de la description lithologique suivante :

✓ Phosphate pseudo lithique fin

✓ Phosphate coproolithique.

I.2.4.1.3 Eocene

A- Ypresien : est subdivisé en supérieur et inférieur :

Ypresien inférieur : est représenté par des calcaires à intercalation phosphatée, des calcaires dolomitiques et des niveaux de silex.

Ypresien supérieur : est formé par des calcaires, des calcaires dolomitiques. On rencontre des intercalations de roches phosphatées, des niveaux de silex, et géodes de quartz.

B- Lutétien : est subdivisé en deux parties

Lutétien inférieur : est marqué par un changement de faciès, les premières assises sont des marnes blanches tendres à géodes de quartz et à silex, des calcaires en sont intercalés.

Lutetien supérieur : est caractérisé par un faciès évaporitique forme de gypse et de dolomies blanchâtres. Plus au Sud se trouvent le gisement de Bled El Hadba et plus loin encore le gisement de Bettita.

I.2.4.1.4 Miocène

Les sédiments miocènes reposent sur les différents termes du tertiaire érodé. Il est représenté par de conglomérats, des sables à gros grains des sables blancs à grains moyens à fins, non calcareux affectés d'intercalations argileuses, d'argile schisteuse de grès à blancs de graviers et de galets.

I.2.4.2 Quaternaire

Les dépôts quaternaires recouvrent la majeure partie des terrains, ils sont représentés par des dépôts sableux, des graviers et des blocs. [14]

QUATERNAI	ξĒ		Eboulis et formations alluvionnaires sableuses
MIOCENE	SUP (350m)		Sables, grès à grains grossiers
MIOCENE	MOY (250m)		Argiles, schistes argileux de couleur marron, bronze avec intercalation de sables blancs
	INF (100m)	1 1 1 1 8 8 1 9 0	Sables fins blanches avec des couches de grès et argiles
LUTETIEN	SUP (100m)		Gypses avec interlits de marnes (évaporites)
	INF (40m)	Te te	Calcaires et dolomies avec géodes de quartz
YPRESIEN (70m)	SUP	111	Calcaires et dolomies avec silex
(TOM)	INP	monune	Calcaires avec lentilles de silex et calcaire phosphaté
THANETIEN	SUP	\$36000X	Phosphates pseudoolithiques, coprolithiques, gris et noirs
(80m)	INF	1-1-1-	Marnes sombres schistifiées
MONTIEN (100m)			Minéralisation en Baryto-Célécítine Calcaires avec banes à Ostrea
	SUP (80m)		Alternance de calcaires et de marnes claires
DANIEN	INF (35m)		Argiles noires avec fibre de gypse
MAESTRICHTI SUPERIEUR (20	EN 10 m)		Calcaires, calcaires noduleux de couleur blanche

Figure I.3 : Contexte géologique la région de Djebel Onk

I.2.5 Exploitation du phosphate de la mine de Djebel-Onk

La méthode d'exploitation du gisement dans cette mine est a ciel ouverte, consiste en la réalisation d'une succession des travaux miniers afin d'assurer la découverture et l'extraction en qualité et quantité planifiée dans les meilleurs conditions.la méthode d'exploitation du gisement de Kef-Es Senoun est avec un seul *bord exploitable*, suivants des normes :

- ➤ La hauteur des gradins : 15 m
- La largeur de la route de déplacement des engin de transport : 15 à 25m
- La largeur de plateforme : 40 m

L'extraction du phosphate est le premier maillon de la chaîne de production :

1^{ère} opération : Terrassement par bulldozer

 $2^{\tilde{e}me}$ opération : Foration avec des sondeuses

3^{ème} opération : usage de l'explosif.

Une fois la masse rocheuse abattue, le stérile dégagé est stocké dans le Terril et le phosphate est acheminé vers les 2 concasseurs (le concasseur a mâchoire et le concasseur à cône giratoire). [14]

I.2.6 Caractéristiques du minerai de phosphate de Djebel Onk

I.2.6.1 Les caractéristiques minéralogiques

Les études minéralogiques préliminaires à des essais d'enrichissement du minerai de Djebel Onk, ont montré que trois composants principaux constituent le tout-venant : des particules de phosphates apatitiques (82%), une exogangue carbonatée dolomitique (11,5%) et une exogangue argilo siliceuse (5 à 6%).

En revanche, l'apatite des phosphates du Djebel Onk est une carbonate fluorapatite, une francolite fortement substituée, avec un remplacement des ions PO_4^{-3} par des ions CO_3^{-2} et SO_4^{-2} de l'ordre de 26%. En outre une surface spécifique et une porosité importante (20 m2/g et 15% environ) caractérisent les particules phosphatées.[3]

I.2.6.2 Les caractéristiques chimiques

La composition chimique des minerais de phosphates diffère d'un gisement à l'autre. Le gisement Djemi Djema est constitué de deux parties de compositions chimiques différentes,

nettement différentiables dans la couche : La partie inférieure riche en P2O5, pauvre en MgO, et une supérieure riche en P2O5 avec des teneurs élevées en MgO. [3]

I.2.6.3 Caractéristiques pétrographiques

D'après des études antérieures, les minerais de Djebel Onk-Djemi Djema sont des phosphates en grains, sableux (pseudoolithes et pellets), souvent à support organique (diatomées radiolaires principalement), dont la granulométrie appartient le plus souvent à la classe des arénites (grains inférieurs à 2 mm), plus rarement à celle des rudites (proportions de grains supérieurs à 2 mm). Les faciès sont homogènes, à grains fins (200 à 300 μ m), ou bien hétérogènes, à grains fins et grossiers (jusqu'à 2 à 3 mm). Ils sont pulvérulents à bien lithifiés, et le ciment peut être argileux, calcitique ou dolomitique. Mis à part les grains de phosphates, les autres éléments figurés sont rares (grains de quartz et de glauconie).

Les faciès phosphatés ont une couleur généralement beige à brune, ils peuvent être gris à noir à la base de la couche. Ces teintes sombres, et l'existence de composés organiques, attestent que la couche n'a pas subi d'altération météorique importante et qu'elle a été protégée des phénomènes d'oxydation, ce qui serait responsable de la pigmentation des grains de phosphate. [3]

I.2.7 Composition chimique de minerai de phosphate de Djebel Onk

La composition chimique du minerai de phosphate de la mine de Djebel Onk est résumée dans le tableau I.4.

Composant chimique	Formule chimique
Pentoxyde de phosphore	P ₂ O ₅
Oxyde de calcium	CaO
Oxyde de magnésium	MgO
Dioxyde de carbone	CO_2
Fluore	F
L'eau	H ₂ O
Trioxyde de soufre	SO ₃
Autres	Cd, Pb, Cu, Zn (ppm)

Tableau I.4 :	<i>Composition</i>	chimique de	phosphate	de Djeb	el Onk	[6]
---------------	--------------------	-------------	-----------	---------	--------	-----

I.2.8 Composition minéralogique du minerai de phosphate de Djebel Onk

La composition minéralogique du minerai de phosphate de la mine de Djebel Onk est rassemblée dans le tableau I.5.

Eléments composants	Symboles
Phosphate tricalcique	Ca (PO ₄) ₂
Carbonate de calcium	CaCO ₃
Carbonate de magnésium	MgCO ₃
Dolomite	CaMg(CO ₃) ₂
Alumine	Al ₂ O ₃
Hématite (oxyde de fer)	Fe ₂ O ₃
Gypse	CaSO ₄
Sulfate de soude	$Na_2Ca (SO_4)_2$
Chlorure de calcium	CaCL ₂
Quartz	SIO ₂
Sulfate, Fluor et matières organiques	S, F, C
Autres éléments en traces (Cadmium, Uranium, Titane)	Cd, U, Ti

Tableau I.5 : composition minéralogique du phosphate de Djebel Onk [6]

I.2.9 Réserves Exploitables

Les réserves exploitables du gisement de Kef Es Senoun sont estimées à 112 millions de Tonnes, ceux de Djemi Djema zone (I) a 1.5 millions de tonnes alors que ceux de Tarfaya ne dépasseront pas 500 000 tonnes et cela dans la limite de zone actuellement en exploitation. Le gisement de Djebel Onk, avec des réserves importantes se classe parmi les grands gisements dans le monde. Sa localisation dans la région de Bir El Ater a contribué au développement de la ville, de plus une partie considérable de la population constitue la main d'œuvre du complexe.[5]

I.2.10 La qualité de phosphate de Djebel Onk

La valeur du minerai s'exprime par sa teneur en tricalcique de phosphate (%Tpl) ou en P_2O_5 . Tel que :

TPL=
$$%P_2O_5 \times 2,185$$

Actuellement SOMIPHOS ne produit que deux (02) qualités : 66-68% TPL et 63-65 % TPL. [16]

Echantillon	%P ₂ O ₅ dans le phosphate	%P ₂ O ₅ dans l'apatite	%apatite dans le phosphate	%Total de la gangue
		-		
Marocain (Youssoufia)	32,13	37,75	85,11	14,89
Tunisien	28,80	34,70	83,00	17,00
Algérien (tout venant)	27,30	36,67	74,45	25,55
Algérien (63/65%TPL -N)	29,00	36,67	79,08	20,92
Algérien (63/65%TPL-Sp)	30,00	36,67	81,81	18,19
Algérien (66/68%TPL)	30,20	36,67	82,36	17,64
Nord de la Florida	32,50	35,30	92,07	7,93

Tableau I.6 : Tableau comparatif de la composition chimique et minéralogique desdifférentes origines de phosphate
I.3 Conclusion:

Le phosphate de masse volumique 1.43 est exploité sous trois principale forme, soit en sous forme de graine, en débris ou bien en nodule, Il existe plusieurs minerai de phosphate, dont le principale minerai est l'apatite, qui se trouve généralement associé aux granite ou bien dans fonctionnement sédimentaire argileux, il est le phosphate le plus abondant sur terre, l'apatite de référence est la fluorapatite de formule $Ca_{10}(PO_4)_6F_2$

Dans la nature, le phosphate comme tout les autres minerai ne se trouve jamais à l'état pur, il est associé à un ensemble d'élément chimique et minéralogique, la qualité de phosphate dépend de la teneur, de ces constituants, car il ya des constituants minéralogique qui sont considéré comme des impuretés qui forme l'endoguangue (ex : le quartz, la matière organique...etc), et d'autres comme minéraux apatitiques qui forment l'exoguangue. La qualité de phosphate dépend d'autre paramètre chimique tel la teneur en P_2O_5 , MgO, CO₂ et d'autres.

D'après l'origine de phosphate on trouve deux types de gisement, soit des gisements ignés qui sont attribué en générale par l'intrusion du magma dans des roches cristallines qui donnent naissance à des veines ou filons, fournissent 12% de la production mondiale de phosphate, ou bien soit sédimentaire qui recouvrent 85 % de la production mondiale et se rencontre dans des étages géologiques très variés.

Le complexe minier de Djebel Onk est spécialisé dans l'exploitation et le traitement des phosphates. Il joue un rôle important dans le développement économique national.

Le minerai de phosphate au niveau de Djebel Onk passe en deux étapes d'enrichissement pour l'obtention des produits concentrés (voie humide et voie sèche). Pour subir des traitements par les deux voies, le minerai tout venant de la carrière doit passer par la préparation mécanique.

CHAPITRE II

PROCEDES DE TRAITEMENT MINERLURGIQUE DE MINERAI DE PHOSPHATE

L'extraction du minerai de phosphate ne permet pas d'obtenir un produit marchant, le produit extrait est considéré comme brut, avant qu'il soit commercialisé il doit passer par un ensemble des procédés de traitement physiques et chimiques. Afin d'éliminé un certain nombre d'impuretés. Ce traitement peut parfois se limiter à quelques opérations simples ou à mettre en œuvre de nombreuses opérations et des procédés d'enrichissements complexes. La complexité de ces derniers donc leurs couts et leur situation géographique influent sur le choix des gisements à exploité. Le choix de traitement est en fonction des caractéristiques minéralogiques. [16]

II.1 Méthode de traitement et d'enrichissement de minerai de phosphate

Le terme traitement ou enrichissement ou traitement de minerai recouvre toutes les opérations simples ou complexes que peut subir le minerai de phosphate pour devenir un produit commercial et utilisable dans le secteur appropriés. L'enrichissement des minerais de phosphate permet d'augmenté leurs concentrations en phosphate (teneur en P_2O_5) par l'élimination des éléments de la gangue considéré comme impuretés. Les méthodes de traitement les plus fréquentes :

II.1.1 La fragmentation

Est l'opération par laquelle on cherche à réduire la taille et/ou à augmenté la surface développée de l'unité de masse de particules solide. Elle consiste à réduire les dimensions des fragments de la roche exploitée afin de libérer les constituants minéralogiques.[17]

II.1.2 Classement granulométrique

Le classement granulométrique est parfois réalisable à sec, mais le plus souvent par vois humide en utilisant des appareils spécifique. [17]

II.1.3 Le débourbage

C'est un traitement par voie humide, qui consiste à éliminé les argiles. L'élimination de ces argiles s'effectue par lavage énergique avec l'eau recyclée saturée en carbonates, qui aide la floculation des argiles. [17]

II.1.4 Le séchage

C'est une technique qui peut mener à un enrichissement. On peut citer le séchage en lit fluidisé provoquant une attrition des grains et des mixte minéralogique. Comme on peut citer le séchage par transport pneumatique dans un fluide caloporteur [17]

II.1.5 La calcination

Est pratiqué dans le but de dissocier par voie thermique les carbonates de l'exoguangue et de l'endoguangue du minerai dans un intervalle de température compris généralement entre 700 et 1000°C. Pour réduire les proportions de CaO et MgO par rapport aux P_2O_5 , on procède à une hydratation de ces oxydes pour pouvoir ensuite les éliminer. [17]

II.1.6 Séparation magnétique

Cette technique exploite les propriétés magnétiques des matériaux tels que l'hématite, qui est éliminé à haute intensité et magnétite qui est éliminé à basse intensité. L'organe essentiel d'un appareil de séparation magnétique est la source de champ magnétique qui est à l'origine de la force utilisé pour la séparation.

II.1.7 Séparation électrostatique

Cette technique permette de réalisé un poste enrichissement sur la concentré obtenu par lavage. Mais son emplois est mal adaptés pour la granulométrie fine, et aux produits humide. Cette méthode de séparation consiste à utiliser un champ électriques, ou les particules passent dans un circuit pneumatique ou à lieu le chargement.

II.1.8 La flottation

Est une technique de séparation des solides basée sur les différences existant entre les propriétés superficielle dans une solution aqueuse et dans l'aire. Pour le faire, on disperse des bulles d'aire dans une suspension aqueuse de particules solide pour récupéré l'espèce minérale à séparé, rendue préalablement hydrophobe par un ajout de collecteur (surfactant).

L'ensemble eau-particules hydrophobe est rassemblé sous forme d'une écume surnageant stabilisé par un moussant. C'est l'une des techniques la plus importante dans le domaine de traitement des minerais. Elle permet de concentré de façon économique les minerais pauvres. Le principe de la flottation est basé sur les propriétés hydrophobes et hydrophiles des surfaces des minerais. [7]

II.2 La Chaine De Traitement de la mine de SOMIPHOS

II.2.1. Préparation Mécanique

La préparation mécanique a pour objectif de réduire les dimensions des blocs des minerais pour libérer les composants utiles de leurs gangues. Il comporte les trois opérations suivantes : Concassage, broyage et le criblage. [17]

II.2.1.1 Concassage

Cette opération a pour but de réduire la taille des blocs de 1000mm à 200 mm au maximum.

Il se fait au moyen d'un concasseur à cône giratoire « BABITLESS » d'une capacité de 1000 t/h avec un rapport de réduction de cinq (5), conçu essentiellement pour les produits de la carrière de Djemi Djema. [5]

Pour ce qui est tout venant de Kef Es senoun, l'équipement de concassage, broyage utilisé est un broyeur à marteaux (HAZEMAG) menu d'un système de scalpage d'une capacité de1200 t/h. Avec un taux de réduction allant jusqu'à soixante (60).

Il se fait au moyen des deux concasseurs :

II.2.1.1.1 Caractéristique du Concasseur de Djemi Djema

- . Nombre : 01
- Marque : BABBITLESS
- Type : Giratoire (BP 38 DD)
- Débit moyen : 900 T/H
- · Granulométrie à l'entrée : 0 1000 mm
- · Granulométrie à la sortie : 0 200 mm
- Taux de réduction : 5

II.2.1.1.2 Caractéristique du Concasseur De Kef Es Sennoun

Un nouveau concasseur est installé à cote de tranche principale qui est composé de :

- . Nombre : 01
- · Marque : strpactor
- Type : percussion (APP 2022Q)
- · Dmax: 1200mm
- · Dmin: 200mm
- Débit horaire: 400T/H
- Production journalière : 6159T/J

II.2.1.2 Broyage

Cette opération consiste à réduire la taille du produit concassé jusqu'à une dimension de 20 mm, un taux de réduction de dix (10).

Cette procédure comprendre (03) broyeurs à marteaux articulés (WEDAG) d'une capacité de production de 300t/ h/ broyeur, le produit broyé sera ensuite acheminer vers l'atelier de criblage. [17]

II.2.1.2.1 Caractéristiques des broyeurs

- . Nombre : 03
- · Marque : WEDAG
- Type : A MARTEAUX
- Débit moyen : 300 T/H/BROYEUR
- · Granulométrie à l'entrée : 0 200 mm
- · Granulométrie à la sortie : 0 20 mm
- Taux de réduction : 10

II.2.1.3 Criblage

Il Consiste à éliminer le produit dont la dimension est supérieur à 15mm au moyen de trois (03) cribles vibrants (WEDAG) en aval du BABITLESS d'une capacité de 250 t/ h/ crible.

Le rendement en poids de cette opération atteint les 95%.par contre le produit concassé de Kef Es Sennoun alimente (02) cribles vibrants inclinés (HAZEMAG) d'une capacité de 700t/ h/ crible, et une ouverture de 15 mm, les refus de ces cribles sont recyclé pour revenir au broyeurs (WEDAG).

Les refus des cribles (WEDAG) sont acheminés vers une trémie de déchargement pour ensuite les transportés a des terrils a l'intérieur des fosses crées par l'exploitation.

Le but essentiel de la préparation mécanique est d'avoir un produit de taille inférieur à 15mm pour servir les deux chaînes de traitements. [5]





Figure II.1: schéma technologique de la préparation mécanique

II.3. Traitement Par Voie Humide

Cette opération s'effectue dans les ateliers de calcination (**DK1**), elle permet d'enrichir le minerai a une teneur au tricalcique de (69 à 77%) et (73 à 77%) TPL. (BRGM)

Ce type de traitement comporte les opérations suivantes :

II.3.1. Débourbage

Le but de cette opération pour éliminer les argiles, les silicates, les matières organiques ainsi que les sels..... Il est constitué des opérations suivantes : une mise en pulpe, criblage humide (grilles courbes), classification, hydro cyclonage et une filtration. [6]

II.3.1.2 Principe

Le passant crible de dimensions inférieure à 15 mm est mise pulpe avec de l'eau dans un rapport solide/liquide égale a 2/3 (T/m²), alimente les grilles courbes qui opèrent a une coupure de 1,25 mm. Les hydro cyclones a mouvement hélicoïdal de rotation récupèrent le passant grilles courbes dont le but est d'élimine la tranche inférieur à 0,8mm. Les fines particules très pauvres en phosphate seront acheminées vers l'épaississeur et la qualité noble est essore aux moyennes essoreuses le produit débourbe et essore titrant de (63 à 64.5 %) TPL est expédié pour la deuxième opération. [6]

II.3.2. Séchage

Le produit débourbé étant un produit semi fini humide et qui nécessite une déshydratation jusqu'à l'obtention d'un produit marchand d'une humidité de 1%. Le séchage se fait au moyen deux méthodes à savoir :

- Séchage par four de calcination
- Séchage par four horizontal

II.3.2.1 Séchage par four de calcination

Le produit débourbé étant un produit semi fini, préalablement destiné a un traitement pyrotechnique par calcination a des températures allant de 700° jusqu'à 900° C pour fabriquer une gamme de qualités allant de 69 à 75 % TPL, ces qualités ne sont plus fabriquer actuellement.

Des techniciens du complexe CMDO on convertit l'installation de calcination existante en four de séchage vertical avec un débit horaire de 60 t/h/ligne (3lignesX60 t/h=180 t/h/atelier), le souci et de répondre a la demande croissante en matière de production d'une part et d'autre part rentabiliser l'installation de la calcination et le débourbage. **[17]**

II.3.2.2 Séchage par four horizontal

Cet atelier comporte deux fours horizontaux rotatifs dont la température ajustée est à 105 °C \pm 5 °C.

Ces fours sont à mouvement rotatif dans lequel le produit débourbé est séché dans une chambre de fluidisation et ce en formant un lit fluidisé en suspension qui a travers la longueur du four le produit subisse une évaporation de l'eau imbibée dans le produit. [6]



Figure II.2 : Schéma Technologique De la voie humide (Atelier Débourbage)

II.4. Traitement Par Voie Sèche (Dépoussiérage)

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

Le but principal de ce type de traitement est d'enrichir à sec un produit provenant de la carrière ayant 54 à 56 % de TPL, broyé et criblé à 15 mm contenant 3 à 7 % d'humidité pour ramener à la qualité commerciale titrant 62.5 % à 63.5 de TPL et des granulométries comprise entre 800 μ et 90 μ . Chaque ligne est d'une capacité de 230 T/h à l'alimentation et 137.5 T/h à la sortie d'un rendement poids de 60 à 62 % pour pouvoir traiter et enrichir à sec le produit il doit subir cinq (5) opérations de préparation et d'enrichissement. [6]

II.4.1. Séchage à lit fluidisé

Cette opération élimine aussi une partie des solides les plus fines en les entraînant avec les gaz de fluidisation. Il consiste deux fours sécheurs, ils sont devisés en deux comportements :

- Combustion et dilution.
- Séchage par fluidisation.

II.4.2. Criblage à 2 mm

Cette opération consiste à éliminer le produit dont la dimension est supérieur à 2mm au moyen des crible équipé d'un tamis de 2mm, permet le rejet les gros supérieur à 2mm qui sont du calcaire, les moins de 2 mm sont admis et acheminés vers les broyeurs (rendement poids 88%). [6]

II.4.3. Broyage par attrition

Pour libérer un partie de l'exo gangue aux grains de phosphate, et permettre un meilleur enrichissement finale par séparation granulométrique par des broyeurs « Broyeur DRAGAN », équipés d'un rotor sur la quel portés des marteaux et chambre de broyeur. [5]

II.4.4. Sélection par une turbo sélection ventilée

Microns à l'aide des ventilateurs. Cette opération a pour but d'enrichissement du produit en éliminant les fines particules moins de 80 [5]

II.4.5. Criblage à 0,8 mm

Le même principe que les cribles de 2 mm d'où ils sont rejetés les grains de phosphate supérieur à 0,8 mm.



Figure II.3: Schéma technologique de traitement par voix sèche

II.5 Conclusion

Le phosphate algérien est la ressource minière nationale la plus exploitée, il est considéré comme une importance source d'entrer de devise d'une part et comme un élément capital du secteur minier d'autre part

Le phosphate est un produit marchant dont la composition chimique et minéralogique varient d'un gisement à autre, dans la région de Djebel Onk le phosphate de gisement de kef Es Senoun est considéré comme un produit de meilleur qualité à cause de sa teneur élevée en P_2O_5 qui est un indice de qualité le plus important, le MgO et Cao sont d'autre indices de qualité qui sont pris en considération pour déterminer la qualité du produit. [3]

CHAPITRE III

METHODES ET MATERIELS UTILISES

Introduction

On aborde ce chapitre pour expliquer les différentes méthodes utilises afin d'effectuer les analyses granulométriques, chimiques et minéralogiques du minerai du phosphate beige de Kef Es Senoun de la mine de Djebel Onk, ainsi qu'une petite description du matériel utilisé pour effectuer ces analyses. En effet, la performance et la précision des résultats dépend du matériel et de la méthode utilisée.

Avant de commencer notre travail dans le laboratoire de la mine de SOMIPHOS et le laboratoire de génie de procédé, on a effectué l'échantillonnage du ce produit aux niveaux de la mine après chaque étape de traitement, suivi des analyses granulométriques qui comprend l'homogénéisation, la quartage, le concassage, le tamisage et le broyage au niveau de laboratoire des analyses granulométriques de la mine de Djebel Onk. Pour ensuite ramené les fractions de chaque échantillon obtenu a l'aide d'une série de tamis vers le laboratoire des analyses chimique de la mine de SOMIPHOSE, et au niveau de laboratoire la DRX de la sale de génie de procédé de l'université de Bejaia.

III.1 Préparation mécanique

Avant de procéder à une analyse quelconque d'un échantillon solide, nous lui faisons subir un traitement mécanique qui est la phase la plus délicate pour préparer un échantillon représentatif. Pour atteindre cet objectif, les opérations suivantes sont nécessaires: concassage, broyage, tamisage ; homogénéisation et quartage. [6]

III.1.1 Homogénéisation

L'homogénéisation est une opération indispensable pour avoir un bon mélange et une meilleure représentativité de l'échantillon. Dans notre cas, cette opération vient juste après le concassage. Donc, le matériau concassé subit une homogénéisation afin d'avoir une distribution minéralogique homogène des éléments composants l'échantillon.[6]

III.1.2 Quartage

Le quartage est une opération indispensable pour une meilleure représentativité de l'échantillon. Avant cette opération, il est nécessaire de procéder à une homogénéisation du minerai, par transformation petit à petit en une galette circulaire, puis on la partage en quatre

quarts égaux, dont on prélève deux quarts opposés. Les deux autres quarts seront ainsi gardés comme témoins. La même procédure est suivie jusqu'au quartage finale.

L'échantillonnage obéit à une loi bien définie qui est la loi de RICHARDS.

 $Qi \ge K.d^2$ (1)

 $m < Qi / K. d^2$(2)

 $m = 2n \implies n = \ln(m) / \ln(2)$(3)

Qi : masse de l'échantillon vérifiant la loi de Richards en (kg) ;

D : diamètre du plus gros grain qui est égale à 4 mm ;

K : coefficient de répartition de la minéralisation qui est égale à 0,1 ;

Note : au niveau de laboratoire des analyses granulométriques de la mine de Djebel Onk, l'opération de quartage est effectuer à l'aide des diviseurs de grande et petite et moyenne taille, qui partage l'échantillon en question en deux parties égales, une partie est partagée une autre fois, cette méthode est plus précise et plus facile et rapide que la première méthode.[6]

III.1.3 Concassage

Cette opération sert à réduire les dimensions de la matière première à une granularité de l'ordre de quelques millimètres.

Tableau III.1: Caractéristiques du concasseur à mâchoire utilisé au laboratoire Mines etGéologie (Ex Technologie des Matériaux). [6]

Série	1097
Voltage	220V
Fréquence	50/60Hz
Puissance	75KW
Intensité	7.3A

III.1.4 Broyage

C'est une opération qui consiste à réduire les dimensions des grains de la matière première à une granularité assez fine, atteignant quelques micromètres. L'opération de broyage est réalisée soit manuellement soit à l'aide d'un broyeur à boulets.

Principe	Par impacte
Contenance des bols de broyage	300ml
Diamètres des billes de broyage _~	10mm
Masse d'une bille	2,5 g
Diamètre de la jarre	75mm
Hauteur de la jarre	68mm
Masse de pot	2270 g
Granulométrie max des matières à traiter	10mm
Quantité min d'échantillon	10ml
Quantité max d'échantillon	300ml
Finesse final	<1µm
Vitesse de rotation de disque	50-500 tr/min
Processus de broyage	voie humide/voie sèche
Ratio de vitesse entre bol de broyage/disque planétaire	200mm
Raccordement électrique	100-120/200-240V/1_ 50-60Hz, 1300-1600W
Puissance de moteur selon VDE0530 EN 60034	0,6Kw

Tableau III.2: Caractéristiques de broyeur planétaire utilisé au laboratoire Mines et Géologie (Ex Technologie des Matériaux). [6]

III.1.5 Tamisage

Le tamisage est une opération visant à séparer un ensemble de particules en fonction de leur taille à l'aide d'un tamis.

Série N0	03.502/9377
Fréquence	50Hz
Voltage	220V
Intensité	2,3 A
Puissance	500W

Tableau III.3 : Caractéristiques de la tamiseuse électrique. [6]



Figure III.1 : schéma présentatif des étapes de la préparation mécanique des échantillons de minerai de phosphate à étudier.

III.2 Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique réalisée par tamisage sert à déterminer la distribution pondérale des particules constituant l'échantillon de phosphate suivant leur dimension, le tamisage est l'une des méthodes d'analyse qui est utilisée, le principe consiste à prendre l'échantillon sec et le verser dans une colonne de tamis classés par ordre décroissant des ouvertures de : 4 ;2 ;1,6 ;1 ;0,5 ;0,25 ;0,125 mm en suite on effectue le tamisage pendant 30 minutes sur une tamiseuse électrique de marque FRITSCH avec des caractéristiques bien

définies (voir Tableau III.3), et on pèsent les refus sur les tamis à l'aide d'une balance électronique qui nous permettra de tracer la courbe granulométrique. [13]

III.3. Analyse chimique

Les analyses chimiques de P_2O_5 , CaO et MgO des fractions granulométriques sélectionnées, sont réalisés par la méthode de spectrophotométrie d'adsorption atomique (SAA) avec l'appareil (Auto analyseur Technicon) au laboratoire d'analyse chimique du complexe minier Ferphos chimiques, par contre le dosage de CO₂ a été réalisé par la méthode calcimétrique de BERNARD. [17]

III.4 Analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) sert à identifier les phases cristallisées, donc la minéralogie des produits et éventuellement à en analyser le degré de cristallinité. Elle est utilisée de façon préférentielle dans la caractérisation minéralogique d'un matériau.

Permet d'étudier les principales phases minérales cristallisées présentes dans l'échantillon

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'analyse des solides basée sur la loi de Bragg : $2d_{hkl}sin\theta = n\lambda$

Avec :

d : Distance inter-réticulaire (distance entre deux plans cristallographiques) ;

 $\boldsymbol{\theta}$: Angle d'incidence des rayons X ;

n : Ordre de réflexion (nombre entier) ;

 λ : Longueur d'onde des rayons X.

Cette technique consiste en l'enregistrement de l'intensité des rayons diffractés par un échantillon en fonction de l'angle entre les rayons incidents et l'échantillon sur le support .Le fonctionnement en mode 2θ diffractomètre n'importe que la source des rayons X et le détecteur forme toujours des angles égaux avec le support. [10]

La position des pics de diffraction évolue en fonction de la distance inter-réticulaire (d) (A^0) . Chaque pic est associé à un plan atomique imaginaire passant par les atomes, désigné par les indices de Miller (hkl).



Figure III.3 : Illustration de la loi de Bragg et de l'indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (hkl)

Les analyses par diffraction des rayons X ont été effectuées sur un appareil de marque X, en utilisant la raie $K_{\alpha l}$ du cuivre de longueur d'onde $\lambda = 1.54 \text{ A}^{\circ}$.

Les diffractogrammes ont été enregistrés de 20° à 80° (2θ) avec un pas de 0.01° . L'identification des différentes phases minéralogiques par DRX, de paramètre a, de la taille des cristaux ainsi que la densité s'est faite à l'aide d'un logiciel Xpert highScore, en comparant les spectres obtenus avec ceux d'une base de données. [10]

CHAPITRE IV RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1 Introduction

En raison de la variabilité de la composition chimique et minéralogique des fractions granulométriques de phosphate beige de Kef Es Senoun, nous avons effectués des prélèvements d'échantillons de phosphate beige au niveau de quelques opérations de traitement en voie humide et sèche représenté par l'organigramme de la figure (IV.1).

Cette étude nous permettra de suivre l'évolution des caractéristiques chimiques, minéralogiques de phosphate au niveau de la chaîne du traitement du complexe minier de Djebel Onk.

Avant de réaliser les analyses nécessaires sur les échantillons sélectionnés rassemblés dans le tableau (IV.1), nous avons préalablement préparé les échantillons prélevés, reportés dans le tableau 9, pour une meilleure représentativité.[13]

Tableau IV.1: Listes des échantillons prélevés au niveau de la chaîne de traitement du mineraide phosphate en voie humide et en voie sèche :

N^{ullet}	Nom	Prélèvement
01	30A	Alimentation préparation mécanique
02	33A	Produit criblé
03	34	Produit débourbé
04	90	Produit marchant débourbé
05	45	Refus débourbage
06	91	Produit marchant dépoussiéré



Figure IV.1 : Schéma de prélèvement des différents échantillons en voie sèche et humide

IV.2 Caractérisation du minerai de phosphate de Kef Es Senoun

IV.2.1 Analyse granulométrique

Les pourcentages des refus cumulés, ou ceux des tamisât cumulés des échantillons de phosphate prélevés dans la chaine de traitement, sont rassemblés dans les tableaux (annexe) et représenté sous la forme d'une courbe granulométrie en portant les ouvertures des tamis en abscisse, et les pourcentages en ordonnée, sur une échelle arithmétique.



Figure IV.2: Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 30A



Figure IV.3 Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 34



Figure IV.4: Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 45



Figure IV.5 : Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 90



Figure IV.6: Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 33A



Figure IV.7: Courbe granulométrique par tamisage de l'échantillon 91

Il ressort de ces résultats que la majeure partie de la masse globale de des échantillons prélevés (30 A, 34, 45, 90, 33A et 91), avec près de 50% est concentrée dans la tranche granulométrique de dimension (-0,5 +0,1mm). Ceci représente ainsi la maille de libération

optimale des grains phosphatés. Par ailleurs de très faibles quantités (10 à 12 %) ont été enregistrées par les classes granulométriques fines (<0.1 mm) de l'échantillon 30 A à l'échantillon 33A (après concassage, broyage et criblage) et présente moins de 2,5 % pour le produit fini (91), et un % allant de 4 à 17% pour les fractions grossières représentés par les tranches allant de 0.5 à 4 mm pour la totalité des échantillons.

Ces valeurs montrent clairement l'augmentation de % pondérale de la fraction intermédiaire au long des opérations de traitement de la carrière jusqu'au produit fini, contrairement aux fractions grossières et fines comme le montre les *tableaux (annexe) et figure*.

a) Coefficients et diamètres caractéristiques granulométrique

Les résultats obtenus des diamètres et coefficients caractéristiques de la granulométrie des échantillons et leur évolution dans la chaine de traitement sont rassemblés dans le tableau ci-dessous :

Tableau IV.2 : Diamètres et coefficients caractéristiques des différents échantillons prélevés(30A, 34, 45, 90, 33A, 91)

N°	Echantillons	Diamètres (mm)				Coeff	icients
		D10	D ₃₀	D ₅₀	D ₆₀	Cc	Cu
1	30A	0,08	0,185	0,278	0,329	1,3	4,115
2	34	0,103	0,18	0,26	0,30	1,049	2,913
3	45	0,09	0,219	0,35	0,425	1,254	4,72
4	90	0,104	0,19	0,274	0,318	1,092	3,058
5	33A	0,088	0,199	0,258	0,31	1,452	3,523
6	91	0,13	0,21	0,288	0,328	1,034	2,523

Il ressort de ces résultats que :

- Les coefficients de courbure pour la totalité des échantillons sont compris entre 1<Cc<3, ce qui confirme que le minerai est de taille intermédiaire (présence des particules fines et grossières avec des % massiques différents); dans ce cas on dit que la granulométrie est étalée.
- Les coefficients d'uniformité Cu >2.5 ce qui montre que la courbe granulométrique est concave vers le haut l'importance des fractions grossières par rapport aux fractions fines jusqu'à l'échantillon prélevé de la dernière opération de traitement.

b) Diamètres équivalents en volume et en surface/ volume et surfaces spécifiques

On remarque les valeurs trouvées des coefficients granulométriques sont insuffisantes pour décrire réellement la variation de la granulométrie de échantillons tout au long de la chaine de traitement d'où la nécessité de calculer les diamètres équivalents en volume et en surface volumique ainsi que la surface spécifique.

Tableau IV.3: Variation des diamètres équivalents en volume dv, en surface volumique dsv et la surface spécifique au long de la chaine de traitement

N°	Echantillons	dv(mm)	dsv (mm)	Ss (mm ⁻¹)
1	30A	0,42	0,58	10,34
2	34	0,84	0,87	06,89
3	45	1,30	0,28	21,43
4	90	0,31	0,24	25,00
5	33A	0,71	0,25	24,00
6	91	4,84	0,13	46,15

Il ressort de ces résultats que le diamètre en surface volumique diminue progressivement tout au long de la chaine de traitement et ceci conduit à des surfaces spécifiques qui augmentent régulièrement ce qui confirme l'efficacité de la sélection granulométrique des différentes opérations (criblage, débourbage et dépoussiérage). La surface spécifique de produit final débourbé est de 25000 m⁻¹), et dépoussiéré 46150 m⁻¹, ceci témoigne de l'augmentation de la surface spécifique par voie sèche (presque le double) que par voie humide de traitement de minerai brut d'une surface de 10340 m⁻¹alimentant la chaine de traitement. La plus faible valeur de 6890 m⁻¹est obtenue pour le refus débourbage (échantillon 45)

IV.2.2 Analyse chimique

L'évolution de principaux oxydes analysés tout au long de la chaine de traitement et par fraction sont rassemblés dans les tableaux IV.4 -IV.9.

Tableau IV.4 : Analyses chimiques de l'échantillon 30A

Comp.chim. (%)	P_2O_5	CO ₂	MgO	CaO	CaO/P_2O_5
Fraction gran.(mm)					
Global	27,27	8,86	2,45	45,23	1,66
4	20,03	16,39	5,55	33,22	1,66
2	19,47	17,56	5,67	32,29	1,66
1	21,92	13,88	4,73	21,92	1
0,800	23,99	11,87	3,81	36,36	1,52
0,500	26,94	9,2	2,64	44,68	1,66
0,100	29,14	7,19	1,52	48,33	1,66
0,090	22,13	14,71	4,86	36,70	1,66
0,071	21,08	15,38	5,29	34,96	1,66
<0,071	17,1	16,06	5,6	28,36	1,66

Les résultats obtenu montre que la classe granulométrique -0.500 + 0.100 de l'échantillon alimentant la chaine de traitement est la fraction la plus riche en P₂O₅ (29,14%), en CaO (8,33 %) moins riche en MgO (1,52%) et en CO₂(7,19%) contrairement à la fraction grossière +0.5 mm

Comp.chim. (%)	P ₂ O ₅	CO ₂	MgO	CaO	CaO/ P ₂ O ₅
Fraction gran.(mm)					
Global	29,4	7,89	1,5	48,96	1,66
2	15,96	21,26	4	26,47	1,66
1	24,92	12,29	3,55	41,33	1,66
0,800	27,02	10,3	2,65	44,82	1,66
0,500	29,55	7,14	1,56	49,01	1,66
0,100	30,34	6,98	1,15	50,32	1,66
0,090	23,46	15,28	4,53	38,91	1,66
0,071	21,9	16,94	4,98	36,32	1,66
<0,071	20,17	17,61	5,24	33,45	1,66

Tableau IV.5 : Analyses chimiques de l'échantillon 34

Tableau IV.6 : Analyses chimiques de l'échantillon 45

Comp.chim. (%)	P_2O_5	CO ₂	MgO	CaO	CaO/P_2O_5
Fraction gran.(min)					
Global	23,43	13,38	4,09	38,86	1,66
4	20,14	18,06	5,41	33,40	1,66
2	19,9	17,72	5,4	33,01	1,66
1	21,22	17,05	5,01	35,19	1,66
0,800	25,43	12,37	2,87	42,18	1,66
0,500	28,75	8,03	1,87	47,68	1,66
0,100	28,37	9,7	2,42	47,05	1,66
0,090	9,8	31,43	7,33	16,25	1,66
0,071	9,09	30,01	7,3	15,08	1,66
<0,071	5,23	16,72	6,04	8,57	1,66

Comp.chim. (%)	P ₂ O ₅	CO ₂	MgO	CaO	CaO/ P ₂ O ₅
Fraction gran.(mm)					
Global	29,42	7,45	1,4	48,80	1,66
2	19,72	16,24	5,62	32,71	1,66
1	21,89	14,56	4,29	36,31	1,66
0,800	24,77	13,24	3,32	41,08	1,66
0,500	29,66	7,18	1,26	49.19	1,66
0,100	30,12	6,62	1,03	49,96	1,66
0,090	25,26	10,92	3,38	41,90	1,66
0,071	23,72	11,59	3,96	39,34	1,66
<0,071	20,54	13,57	4,61	34,07	1,66

 Tableau IV.7 : Analyses chimiques de l'échantillon 90

Tableau IV.8 : Analyses chimiques de l'échantillon 33A

Comp.chim. (%)	P ₂ O ₅	CO ₂	MgO	CaO	CaO/ P ₂ O ₅
Fraction gran.(mm)					
Global	27,57	8,77	2,19	45,73	1,66
4	23,23	13,57	3,96	38,53	1,66
2	23,59	12,58	3,68	39,13	1,66
1	22,7	13,25	3,98	37,65	1,66
0,800	23,37	12,24	3,71	38,76	1,66
0,500	27,5	8,94	2,25	45,61	1,66
0,100	29,66	6,79	1,25	49,19	1,66
0,090	24,68	11,92	3,61	40,93	1,66
0,071	22,22	13,9	4,23	36,85	1,66
<0,071	18,74	13,24	4,53	31.08	1,66

Comp.chim. (%)	P ₂ O ₅	CO ₂	MgO	CaO	CaO/P ₂ O ₅
Fraction gran.(mm)					
Global	30,14	6,35	0,89	49,99	1,66
2	20,55	15,38	5,11	34.08	1,66
1	21,96	13,38	4,46	36,42	1,66
0,800	24,36	11,74	3,6	40,40	1,66
0,500	29,31	7,02	1,3	48,61	1,66
0,100	30,44	6,06	0,78	50,49	1,66
0,090	26,51	10,03	2,85	43,97	1,66
0,071	25,07	12,37	3,6	41,58	1,66
<0,071	22,15	13,04	4,36	36,74	1,66

Tableau IV.9: Analyses chimiques du phosphate beige de Kef Es Senoun de 91

Ces résultats ont montré des différences très appréciables entre les échantillons, aussi bien dans les teneurs en phosphate (P₂O₅) que dans les quantités liées à la gangue (MgO et CaO). Toutefois, on enregistre la libération des particules phosphatés au cours du traitement et la teneur passe de 27,27 % P₂O₅, 2,45 % MgO, 8,86 % CO₂, 45,23% CaO pour l'échantillon alimentant la chaîne de traitement (échantillon 30 A) à 30,14 % P₂O₅, 0,89 % MgO, 6,35 % CO₂ et 50% CaO (échantillon 91), ce qui montre le degré d'enrichissement du minerai par le procédé de traitement (principalement au niveau de la voie humide). Néanmoins les teneurs de ces oxydes varient différemment par fraction granulométrique (fraction intermédiaire -0,5+0,1mm, la fraction grossière +0,5 mm et la fraction fine -0,1 mm. Leur valeurs témoignent d'une amélioration et d'un enrichissement de plus en plus important principalement pour la fraction intermédiaire qui s'enrichie en P₂O₅ de 29,94 à 30,44% et CaO de 48,33 à 50, 49 % et s'appauvrie en MgO de 1,52 % à 0,78 % et en CO₂ de 7,19 % à 6,06 %. Cet variation est très prononcé par rapport au fraction fine et grossière. En effet, pour la fraction fine, la teneur en P₂O₅ augmente de 17 - 22,13% à 22 - 26%, le % MgO diminue de 4-5% à 2-4%, le CO₂% de 14-16% à 10-13% et le CaO augmente de 28-36% à 36-41%, de même la fraction grossière est moins sensible aux traitement, la teneur de P2O5 passe de 19-23% à 20-24 %, %MgO de 3-6% à 3-5%, le % CO₂ de 11-17,5 % à 11-15% et le CaO de 21-36% à 34-36%. Ces résultats montrent clairement l'influence de la granulométrie sur la composition chimique de minerai de tout venant jusqu'au produit marchand.

IV.2.3 Analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX)

L'étude minéralogique du minerai, effectuée par diffraction X a porté sur les échantillons globales des minerais (30A, 34; 45, 90, 33A et 91) ainsi que leurs fractions granulométriques : la fraction grossière (FG), intermédiaire (FI) et fine (FF).

Les phases minérales identifiées sont principalement la fluorapatite, le carbonate fluorapatite, le carbonate hydroxyl apatite, la dolomite. Les résultats obtenus sont présentés par le tableau IV.10 et diffractogrammes des figures (IV.8-IV.17).

IV.2.3.1 Composition minéralogiques des échantillons globaux

Les spectre de la figure IV.8 fait ressortir les minéraux de carbonate fluorapatite, hydroxyl fluoroxylapatite et carbonate hydroxylapatite comme principaux minéraux, présents en quantité importantes nommée par (A), (B),(C), sur le spectre leurs intensités varies, et la plus importante est celle de carbonate hydroxylapatite,

Tableau .IV.10 : Composition minéralogique de minerai de phosphate beige de Kef Es Senoun[6]

Référence	Minerai	Formule chimique
00-015-0876	Fluorapatite	$Ca_5(PO_4)3F$
00-015-0100	Carbonate-hydroxyleapaptite	(Ca,Mg,Na,H ₃) ₅ O ₁₂ (OH,F,Cl)
00-021-0141	Carbonate-fluorapatite	Ca ₁₀ (PO ₄)5CO ₃ F _{1.5} (OH) _{0.5}
00-036-0426	Dolomite	Ca Mg(CO ₃) ₂



Figure .IV.8 : Diffractogramme des globale de chaque échantillons

Les résultats présentés par la figure, ne montrent aucune différence appréciable n'est enregistrée ni en quantité ni en qualité des minéraux majeurs dans les échantillons étudiés (carbonate hydroxyl apatite, carbonate fluorapatite, fluorapatite). Mis à part la réduction de plus en plus de pic principale de la dolomite (D) (2Théta=31°) jusqu'à sa disparition pour le produit final (91) et l'augmentation de l'intensité des pics de la fluorapatite (A) et carbonate fluorapatite (C). Il est à signaler la présence des particules phosphatées dans le refus débourbé (échantillon 45)(confirmée par le % P₂O₅ non négligeable de 23,45%) avec un entrainement des particules carbonatées et matières organiques (confirmée par le % CO₂ de 13,38 le plus élevé avec un CaO modéré de 38, 86%). Le produit extrait ne peut pas être directement utilisable, il doit passer au préalable à travers quelque opération de traitement pour libéré les minéraux utile et éliminé les impuretés.

II.2.3.2 Composition minéralogique des fractions granulométriques :

Pour mieux suivre l'évolution de ces minéraux par taille des grains on a effectué l'analyse sur les trois principales fractions des échantillons étudiés (grossière, intermédiaire et fine) de tous les échantillons prélevés sur la chaine de traitement.

Le diffractogramme de la *figure IV.9* de l'échantillon alimentant la préparation mécanique (30 A), présente une composition minéralogique différentes par fraction granulométrique. En effet, les phases minérales apatitiques recherchées (carbonatefluorapatite, carbonatehydroxyl apatite, et la fluorapatite) se concentrent dans la fraction intermédiaire, maille de libération des particules phosphatées, et faibles dans la fraction grossière et fine. Cette dernière renferme des minéraux constituant principalement la phase carbonatée (dolomite).

Le diffarctogramme de la *figureIV.11* caractéristique de l'échantillon 34 (produit débourbé) montre une différence appréciable dans la qualité et la quantité des phases minérales recherchées dans les trois fractions. En effet, le résultat montre que le traitement a libéré les particules phosphatées dans les fractions intermédiaires avec une faible quantité de dolomite. En revanche, les fractions grossière et intermédiaire renferment moins de dolomite et plus des minéraux apatitiques par rapport à la fraction fine. Cette dernière montre une présence non négligeable de particules carbonatées (dolomite et calcite). Néamoins on observe la présence de phases majeures dans le refus débourbé (45)

Les résultats minéralogiques de produit criblé (33A) représenté par le diffractogramme de la *figure IV.10*, met en évidence la présence importante des principaux minéraux recherchés à savoir le carbonate fluor et hydroxyl apatite, le fluoraptite dans la fraction intermédiaire. Les raies de ces derniers tendent à disparaître dans les fractions fines et à former une exogangue carbonatée dans la fraction grossière

On conclu que, au cours de traitement de ce type de phosphate, les différentes opérations de ce procédé (criblage, débourbage et dépoussiérage) ne sont pas suffisantes pour la libération des particules phosphatées incluent de la gangue carbonatée et argileuse. Et la seule fraction qui présente des meilleures caractéristiques minéralogiques, est la fraction intermédiaire. En effet pour une meilleure valorisation, le procédé de traitement nécessite une amélioration on incluant d'autres techniques (opérations).



Figure IV.9 : diffractogramme des fractions granulométrique de 30A



Figure IV.10 : Diffractogramme des fractions granulométrique de 33A


Figure IV.11: Diffractogramme des fractions granulométrique de l'échantillon de 34



Figure IV.12 : Diffractogramme des fractions granulométrique de l'échantillon de 45



Figure IV.13 : Diffractogramme des fractions granulométrique de l'échantillon de produit marchant 90



Figure IV.14 : Diffractogramme des fractions granulométrique de l'échantillon de produit marchant 91



Figure IV.15 : Diffractogramme des fractions granulométrique fine de tous les échantillons



Figure IV.16: Diffractogramme des fractions granulométrique intermédiaire de tous les échantillons



Figure IV.17 : Diffractogramme des fractions granulométrique grossière de tous les échantillons

IV.2.3.3 Effet de traitement sur les propriétés physiques du phosphate :

La diffraction sur poudre donne accès à un certain nombre d'informations importantes on cite le paramètre de maille "a" et la taille des cristalites qu'on peut calculer ou déterminer directement sur le logiciel High store.

Sur les diffractomètres de chaque minéral identifié, on détermine:

a) paramètre de la maille élémentaire ''a'', de la taille moyenne des cristaux.

La variation de du paramètre de la maille élémentaire a (A°), de la taille moyenne des cristaux constituent les phases minéralogiques majeurs (fluorapatite, carbonate hydroxylapatite, carbonate fluorapatite et la dolomite) présentes dans trois principales fractions granulométriques (fine (FF), intermédiaire (FI) et grossière (FG)) dans la chaine de traitement sont regroupés dans le tableau IV.11:

Les modifications du mode de traitement entraînent des substitutions de PO4³⁻ par CO3²⁻ et F⁻ dans le réseau apatitique, ce qui est expliqué par la variation du paramètre "a" de la maille élémentaire et le volume des cristaux. L'effet majeur de fragmentation et / ou d'une calcination est la libération de dioxyde de carbone avec une augmentation du paramètre "a" et du volume des cristaux et la recristallisation stoechiométrique de la fluorapatite avec ségrégation de CaO et CaF₂. [11]

N°	Echantillon	Minéral	a (°A)	Taille mo	yenne des ci	ristaux (°A)
				FF	FF	FF
01	30A	Fluorapatite	9,38	584,16	NI	339
		Carbonate-hydroxylapatite	9,309	534	442	665,5
		Carbonate-fluorapatite	9,346	409,75	427,2	481,67
		Dolomite	4,8112	589,5	662,5	673
02	33A	Fluorapatite	9,38	351,5	533,2	496
		Carbonate-hydroxylapatite	9,309	466,5	679	438,67
		Carbonate-fluorapatite	9,346	363,5	456,6	385,25
		Dolomite	4,8112	700,5	1318,5	463,17
03	34	Fluorapatite	9,38	293	378,17	368,5
		Carbonate-hydroxylapatite	9,309	325,5	398,5	704,5
		Carbonate-fluorapatite	9,346	406	503	521,5
		Dolomite	4,8112	787	303	588
04	45	Fluorapatite	9,38	417,33	435,14	-
		Carbonate-hydroxylapatite	9,309	420	-	-
		Carbonate-fluorapatite	9,346	645	325	-
		Dolomite	4,8112	535	988	-
05	90	Fluorapatite	9,38	390,6	343,62	-
		Carbonate-hydroxylapatite	9,309	351	678	-
		Carbonate-fluorapatite	9,346	448	586,67	-
		Dolomite	4,8112	441,43	427	-
06	91	Fluorapatite	9,38	308,28	396,57	-
		Carbonate-hydroxylapatite	9,309	320	644	-
		Carbonate-fluorapatite	9,346	444,5	489	-
		Dolomite	4,8112	-	320	-

Tableau IV.11 : Variation de la dimension de la maille élémentaire a (A°) , de la taille moyenne des cristaux dans la chaine de traitement

> Le paramètre "a" de la maille élémentaire

D'après les résultats rassemblés dans le tableau IV.11, le paramètre de maille "a" reste invariable pour tous les minéraux majoritaires identifiés ce qui confirme l'absence de toute microdéformation des cristaux.[11]

La taille moyenne des cristaux Tc (A°)

Les valeurs de la taille moyenne des cristaux rassemblées dans le tableau IV.11, nous a permis de tirer que:

• Dans le même échantillon, la taille des cristaux varie par fraction minéralogique (fluorapatite, carbonate hydroxylapatite, carbonate fluorapatite et dolomite) et par fraction granulométrique (fraction fine, fraction intermédiaire et fraction grossière);

• la taille des cristaux des carbonates fluorapatite, carbonate hydroxyl apatite et dolomite est très important dans la fraction grossière (respectivement 665,5°A, 481,67°A et 673°A) que la fraction fine et intermédiaire;[11]

• La taille des cristaux de la fluorapatite:

augmente après criblage de 442 à 533,2 °A pour la fraction intermédiaire et de 339°A à 496 °A dans la fraction grossière. Contrairement à la fraction fine et intermédiaire qui enregistre une diminution de leur taille respectivement de 584,16 à 351,5 °A et de 533°A à 397 °A et à 368,5 °A après criblage [11]

• La taille des cristaux des carbonates hydroxylapatite:

diminue dans la fraction fine de produit brut (30A) 534 à 466,5°A après criblage (33A)
ensuite à 325,5 après débourbage et à 351°A et 320°A pour les produit marchands débourbé et dépoussiéré respectivement;

- augmente pour la fraction intermédiaire de l'alimentation (442°A) (30A) à 679 °A après criblage (33A), à 678 °A après débourbage et à 644°A après dépoussiérage. Ce qui est expliqué par la séparation de plus en plus efficace des différentes phases minéralogique retenue par le ciment dolomitique et argileux qui est éliminé par le mode de traitement effectué;

-diminue dans la fraction grossière de 665,5°A pour l'alimentation à 438,5 °A après criblage et atteint la valeur maximale pour le produit débourbé. Néanmoins cette phase n'est pas détectée dans les produits marchand (dépoussiéré et débourbé);[11]

• La taille des cristaux de carbonate fluorapatite:

- diminue dans la fraction fine après criblage de 409,75 à 363,5°A, et tende a augmenté progressivement pour atteindre 406°A pour le produit débourbé et 448 °A et 444,5 °A pour le produit marchand débourbé et dépoussiéré respectivement;

- Contrairement à la fraction fine, la taille de ce minéral augmente tout au long de la chaine de traitement en fonction de degré de libération des particules apatitique (francolites). En effet, on note une taille de 427,2 °A à 456,6 aprés criblage, à 503°A après débourbage, à 586,67 et 489 °A pour les produit marchand débourbé et dépoussiéré respectivement;

 - la taille la plus petite est obtenue pour les cristaux contenus dans le refus débourbé (45) qui est de 325°A;

• La taille des cristaux de dolomite

Elle augmente progressivement dans la fraction fine de 589,5°A à 700,5°A après criblage et à 787 °A après débourbage. Par contre, pour le produit marchand débourbé, on note la taille la plus petite qui est quasiment absente dans le produit marchand dépoussiéré; - Elle diminue pour la fraction grossière après criblage de 673 °A à 463,17°A et augmente pour l'échantillon débourbé, d'ou la nécessité d'un traitement plus approfondie pour la réduction maximale de cette gangue carbonatée;

 - après criblage, la taille des cristaux de la dolomite a doublé de 662,5°A à 1318,5°A,
ce qui confirme la libération des grains apatitiques par criblage et qui nécessite leur élimination après cette opération;

- par le débourbage, les cristaux de dolomite sont réduit de 4 fois par rapport à l'alimentation et éliminé quasiment dans le produit débourbé et dépoussiéré.

Contrairement au fraction fine et grossière qui présente une diminution de la taille des cristaux des francolites, ces résultats confirment l'efficacité de traitement sur la fraction intermédiaire enrichie et matière minérale francolite que les deux fractions fine et grossière.[11]

IV.3 Conclusion

Les analyses granulométriques effectuées dans laboratoire des analyses granulométriques de FERPHOS, ont montré que la majeure partie de la masse globale des échantillons prélevés (30 A, 34, 45, 90, 33A et 91), est concentrée dans la tranche granulométrique de dimension (-0,5 +0,1mm). Ceci représente ainsi la maille de libération optimale des grains phosphatés. Grâce à ces résultats on a pu calculer quelque caractéristiques en effet, on a montré en calculant le C_c on a démontré que le minerai est de taille intermédiaire et étalé. Et à on a confirmé après avoir calculé la surface volumique l'efficacité de la sélection granulométrique des différente opérations (criblage, débourbage et dépoussiérage).

Les analyses chimiques effectués dans le laboratoire des analyses chimiques de SOMIPHOS, Les analyses chimiques ont porté principalement sur les indices de qualité à savoir le % en P_2O_5 , en CaO et en MgO des échantillons prélevés par fraction granulométrique, et les résultats ont démontré que la fraction granulométrique -0.500 +0.100 de l'échantillon alimentant la chaine de traitement est la fraction la plus riche en P_2O_5 , en CaO moins riche en MgO et en CO₂, on déduit donc si on diminue le pourcentage en masse des autres fraction cela conduira l'augmentation du % en P_2O_5 , et on améliore ainsi la qualité de phosphate, et dans la chaine de traitement de la mine de SOMIPHOS on constate d'après les résultats la libération des particules phosphatés au cours du traitement, ce qui montre le degré d'enrichissement du minerai par le procédé de traitement.

Pour clore notre travaille on à effectué les analyses minéralogique par diffraction des rayons X aux niveau de laboratoire de Génie de procédé de l'université de Bejaia, sur les enchantions globale et leurs fraction granulométrique à savoir la fraction grossière [4-1]mm, la fraction intermédiaire [1-0.09] mm et la fraction fine > 0.09mm, et on à identifié principalement la fluorapatite, le carbonate fluorapatite, le carbonate hydroxyl apatite, la dolomite. Après analyse des échantillons globaux, on a remarqué aucun changement de la composition minéralogique des échantillon, à part la diminution de la quantité de la dolomite, et dans les trois principales fraction des échantillon, on à remarqué que les phases minérales apatitiques ce concentre dans les fraction granulométrique intermédiaire, qui représenté la maille de libération des particules phosphatés, et en faible quantité dans les fraction fine et grossière, qui referme d'après les diagrammes beaucoup plus des phase carbonaté à savoir la dolomite, On conclu que, au cours de traitement de ce type de phosphate, les différentes

opérations de ce procédé (criblage, débourbage et dépoussiérage) ne sont pas suffisantes pour la libération des particules phosphatées incluent de la gangue carbonatée et argileuse. Et la seule fraction qui présente des meilleures caractéristiques minéralogiques, est la fraction intermédiaire. En effet pour une meilleure valorisation, le procédé de traitement nécessite une amélioration on incluant d'autres techniques (opérations).

CONCLUSION GENERALE

Cette étude nous a permis de suivre l'évolution des caractéristiques chimiques, minéralogiques de minerai de phosphate beige de gisement de kef Es Senoun de la mine de Djebel Onk (Tebessa) dans la chaîne de traitement (voie humide et voie sèche). Les résultats principaux ont montré que:

La majeure partie de la masse globale de des échantillons prélevés (30 A, 34, 45, 90, 33A et 91), avec près de 50% est concentrée dans la tranche granulométrique de dimension (-0,5 +0,1mm), constituant ainsi la maille de libération optimale des grains phosphatés.

- De très faibles quantités (10 à 12 %) ont été enregistrées par les classes granulométriques fines (<0.1 mm) de l'échantillon 30 A à l'échantillon 33A (après concassage, broyage et criblage) et présente moins de 2,5 % pour le produit fini (91), et un % allant de 4 à 17% pour les fractions grossières représentés par les tranches allant de 0.5 à 4 mm pour la totalité des échantillons.

-L'augmentation de % pondérale de la fraction intermédiaire au long des opérations de traitement de la carrière jusqu'au produit fini, contrairement aux fractions grossières et fines.

- Les coefficients de courbure pour la totalité des échantillons sont compris entre 1<Cc<3, ce qui confirme que le minerai est de taille intermédiaire (présence des particules fines et grossières avec des % massiques différents). Le coefficient d'uniformité Cu >2.5 ce qui confirme l'importance des fractions grossière par rapport aux fractions fines jusqu'à l'échantillon prélevé de la dernière opération de traitement.

- Le diamètre en surface volumique a diminué progressivement tout au long de la chaine de traitement et ceci conduit à des surfaces spécifiques qui ont augmenté de 10340 m⁻¹ pour le minerai brut à 25000 m⁻¹ pour produit final débourbé est de 25000 m⁻¹ et 46150 m⁻¹ pour le produit dépoussiéré. Ceci a confirmé l'efficacité de la sélection granulométrique des différentes opérations (criblage, débourbage et dépoussiérage).

- Des différences très appréciables entre les échantillons, aussi bien dans les teneurs en phosphate (P_2O_5) que dans les quantités liées à la gangue (MgO et CaO). Toutefois, on a enregistré la libération des particules phosphatées au cours du traitement et la teneur est passée de 27,27 % P_2O_5 , 2,45 % MgO, 8,86 % CO₂, 45,23% CaO pour l'échantillon alimentant la chaîne de traitement (échantillon 30 A) à 30,14 % P_2O_5 , 0,89 % MgO, 6,35 % CO₂ et 50% CaO (échantillon 91), ce qui a montré le degré d'enrichissement du minerai par le procédé de traitement (principalement par voie humide). Néanmoins les teneurs de ces

oxydes ont varié différemment par fraction granulométrique (fraction intermédiaire - 0,5+0,1mm, la fraction grossière +0,5 mm et la fraction fine -0,1 mm. Leur valeurs ont témoigné d'une amélioration et d'un enrichissement de plus en plus important principalement pour la fraction intermédiaire qui s'enrichie en P₂O₅, en CaO et s'appauvrie en MgO et en CO₂. Ces résultats ont clairement montré l'influence de la granulométrie sur la composition chimique de minerai de tout venant jusqu'au produit marchand.

- La composition minéralogique a signalé la réduction de plus en plus de pic principale de la dolomite (D) jusqu'à sa disparition pour le produit final (91) et l'augmentation de l'intensité des pics de la fluorapatite (A) et carbonate fluorapatite (C).

- Le paramètre de maille "a" est resté invariable pour tous les minéraux majoritaires identifiés due à l'absence de toute microdéformation des cristaux.

- La taille des cristaux a varié par fraction minéralogique et par fraction granulométrique:

• La taille des cristaux des carbonates fluorapatite, carbonate hydroxyl apatite et dolomite est très important dans la fraction grossière (respectivement 665,5°A, 481,67°A et 673°A) que la fraction fine et intermédiaire;

• La taille des cristaux de la fluorapatite a augmenté après criblage de 442 à 533,2 °A pour la fraction intermédiaire et de 339°A à 496 °A dans la fraction grossière. Contrairement à la fraction fine et intermédiaire qui enregistre une diminution de leur taille respectivement de 584,16 à 351,5 °A et de 533°A à 397 °A et à 368,5 °A après criblage

• La taille des cristaux des carbonates hydroxylapatite a diminué dans la fraction fine de produit brut (30A) 534 à 466,5°A après criblage (33A) ensuite à 325,5 après débourbage et à 351°A et 320°A pour les produit marchands débourbé et dépoussiéré respectivement.Elle a augmenté pour la fraction intermédiaire de l'alimentation (442°A) (30A) à 679 °A après criblage (33A) , à 678 °A après débourbage et à 644°A après dépoussiérage. Ceci est expliqué par la séparation de plus en plus efficace des différentes phases minéralogique retenue par le ciment dolomitique et argileux qui est éliminé par le mode de traitement effectué. En revanche, elle a diminué dans la fraction grossière de 665,5°A pour l'alimentation à 438,5 °A après criblage et atteint la valeur maximale pour le produit débourbé. Néanmoins cette phase n'était pas détectée dans les produits marchand (dépoussiéré et débourbé);

• La taille des cristaux de carbonate fluorapatite a diminué dans la fraction fine après criblage de 409,75 à 363,5°A, et a augmenté progressivement pour atteindre 406°A pour le produit débourbé et 448 °A et 444,5 °A pour le produit marchand débourbé et dépoussiéré respectivement;

• Contrairement à la fraction fine, la taille de ce minéral a augmenté tout au long de la chaine de traitement en fonction de degré de libération des particules apatitique (francolites). En effet, on a noté une taille de 427,2 °A à 456,6 après criblage, à 503°A après débourbage, à 586,67 et 489 °A pour les produit marchand débourbé et dépoussiéré respectivement;

- la taille la plus petite est obtenue pour les cristaux contenus dans le refus débourbé (45) qui est de 325°A;

• La taille des cristaux de dolomite a augmenté progressivement dans la fraction fine de 589,5°A à 700,5°A après criblage et à 787 °A après débourbage. Pour le produit marchand débourbé, on a noté la taille la plus petite qui est quasiment absente dans le produit marchand dépoussiéré. De plus , elle a diminué pour la fraction grossière après criblage de 673 °A à 463,17°A et a augmenté pour l'échantillon débourbé , d'ou la nécessité d'un traitement plus approfondie pour la réduction maximale de cette gangue carbonatée. Néanmoins, après criblage, la taille des cristaux de la dolomite a doublé de 662,5°A à 1318,5°A, par libération des grains apatitiques, et réduit de 4 fois après débourbage jusqu'à leur élimination dans le produit débourbé et dépoussiéré. Ces résultats ont confirmé l'efficacité de traitement sur la fraction intermédiaire enrichie et matière minérale francolite que les deux fractions fine et grossière.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

 [1] BEZZI, D. MERABET et J.Y.PIVAN, Etude comparative des minerais de phosphates : noir (Djemi-Djema) et beige (Kef Es Sennoun) – Djebel Onk, Algérie, Technique de l'Industrie Minérale, N°19 – 1296-2981, (2003).

[2] ZEMOURA Abd El Kader. Etude comparative de quelque méthode de dosage du phosphate assimilable des sols calcaire à des sols semi-arides. Mémoire d'ingénieurs ; Université de ELHADJ LAKHDAR de Batna (2005).

[3] N. BEZZI, Caractérisation physico-chimique du minerai de phosphate de Bled El Hadba - Tebessa. Ann. Chim. Sci.Mat., 26 (6) ,pp.5-23, (2001).

[4] ALI. MOHAMED, Rapport de training (Réalisé par l'ingénieur géologue).

[5] Duchatelle G. (1975): Minerai de phosphate de Djebel Onk, carrière de Djemi Djema. Etude minéralogique. Rapp. interne CERPHOS, 55p.

[6] ZEBOUDJI AMMAR, DJOUDER FATAH, TIDJET MIHANNI, Influence du broyage sur les caractéristiques minéralogiques paramètres de et texturales de minerai de phosphate noir de la mine de Djebel Onk (Tébessa), mémoire de fin d'étude université A.MIRA BEJAIA (2014).

[7] HAMDINI Djamel, Influence des réactifs sur l'enrichissement du minerai de phosphate de Djebel Onk par flottation inverse étagée, Mémoire de Master, université de béjaia (2014)

[8] A.Aranzabe, A.S.J Wery, P, Gtierrez-Zorrila, Inorg.Chim acra, 255 (1997).

[9] Pannetier Joulou, Powder diffraction techniques, cours de la formation doctorale HERCULES. Neutron and Synchrotron radiation for condensed matter studies. Vol. 1, Theory, Instruments and Method, Ed. Phys., Springer-Verlag 207 (1994)

[10] Pannetier Joulou, Techniques d'analyse des diagrammes de diffraction des rayons X et de neutrons par les poudres. Formation permanente du CNRS, Nantes (1995)

[11] Guinier A, Théorie et technique de la radiocristallographie, Editions Dunod, Paris (1956)

[12] S.Martin, Transition Ordre-Désordre et conductivité anionique dans les composés $Bi_4(V1-xMex)_2O_{11}-\delta$, Me = Co, Fe. Muller Ch., Thèse, Université J. Fourier -Grenoble 1, (1996)

[13] N.BENABDESLAM. Influence de la composition chimique et minéralogique de phosphate noir de Djebel Onk(Tebessa sur le procédé de traitement) thèse Magister. Université A.MIRA, Bejaia, 2001.

[14] Kassatkine Y., Yahyaoui A. et Chatilov S. (1980) : Rapport sur les travaux de prospection et d'évaluation sur les phosphates exécutés en 1976-1978 dans le district minier de Djebel Onk.Rap. int. SONAREM, Algérie, 2 vol., 140 p.

[15] Katouche S. (1970) : le gisement de phosphate de chaux sédimentaire de Djebel Onk.Rap. Int. N°5, EREM, Algérie.

[16] Kechiched R. (2011) : Typologie géochimique et géostatistique des minerais de phosphates du gisement de Bled El Hadba – Djebel Onk (Algérie Orientale). Mémoire de Magistère, Univ. Annaba, Algérie.

[17] Larouci M. (1988) : Etude de la caractérisation et de la valorisation du minerai de phosphate de Djebel Onk – Algérie- thèse de doctorat ingénieur. Université orléans. 1 vol texte, 194p.

Annexe

Ouverture des	Diamètre moy	Masse des refus	$m_i d_i$	mi
tamis d _i (mm)30	$d_i = \frac{d1+D2}{2}$	$M_i(g)$		di
4	4	20.92	83.68	5.23
2	3	13.19	39.57	4.39
1	1.5	22.05	33.07	14.7
0,8	0.9	8.81	7.93	9.78
0,5	0.65	37.7	24.5	58
0, 1	0.3	845.36	253.61	2.81
0,09	0.095	10.19	0.97	107.26
0,071	0.0805	26.18	2.11	325.22
< 0,071	0.071	94.79	6.73	1335.07
Total	_	$\sum mi = 1079.19$	$\sum midi = 452.17$	$\sum \frac{mi}{di} = 1862.46$

Tableau 1: variation des diamètres et de la surface spécifique en fonction des ouvertures de tamis de 30A

Tableau 2 : variation des diamètres et de la surface spécifique en fonction des ouvertures detamis de 33A

Ouverture des	Diamètre moy	Masse des	$m_i d_i$	mi
tamis d _i (mm)33	$d_i = \frac{d1+D2}{d}$	passants		di
	2	$M_i(g)$		
4	4	66.45	265.8	16.61
2	3	37.09	111.27	12.36
1	1.5	19.9	29.85	13.26
0,8	0.9	4.33	3.89	4.81
0,5	0.65	17.24	11.20	26.52
0, 1	0.3	618.24	185.47	2060.8
0,09	0.095	6.56	0.62	69.05
0,071	0.0805	23.5	1.89	291.92
< 0,071	0.071	67.65	4.8	952.81
Total	-	$\sum mi = 861.56$	$\sum midi = 614.79$	$\sum \frac{mi}{di} = 3448.14$

Ouverture des	Diamètre moy	Masse des refus	$m_i d_i$	mi
tamis d _i (mm)34	$d_i = \frac{d1+D2}{2}$	$M_i(g)$		di
4	4	0	0	0
2	3	1.08	3.24	0.36
1	1.5	4.5	6.75	3
0,8	0.9	3.91	3.52	4.34
0,5	0.65	23.91	15.54	36.78
0, 1	0.3	806.35	241.91	2.68
0,09	0.095	11.71	1.11	18
0,071	0.0805	27.82	2.23	345.59
< 0,071	0.071	46.49	3.3	654.79
Total	-	$\sum mi = 925.77$	$\sum midi = 779.67$	$\sum \frac{mi}{di} = 1065.54$

Tableau 3 : variation des diamètres et de la surface spécifique en fonction des ouvertures de tamis de 34

Tableau 4 : variation des diamètres et de la surface spécifique en fonction des ouvertures de tamis de 45

Ouverture des	Diamètre moy	Masse des	$m_i d_i$	mi
tamis d _i (mm)45	$d_i = \frac{d1+D2}{d}$	passants		di
	2	$M_{i}(g)$		
4	4	368.62	1474.48	92.155
2	3	104.4	313.2	34.8
1	1.5	22.04	33.06	14.69
0,8	0.9	3.64	3.28	4.04
0,5	0.65	25.84	16.79	39.75
0, 1	0.3	930.46	279.14	3101.53
0,09	0.095	25.65	2.43	270
0,071	0.0805	21.31	1.72	264.7
< 0,071	0.071	139.99	9.93	1971.69
Total	-	$\sum mi = 1641.95$	$\sum midi = 2134.03$	$\sum \frac{mi}{di} = 5793.35$

Ouverture des	Diamètre moy	Masse des	$m_i d_i$	mi
tamis d _i (mm)90	$d_{i}=\frac{d1+D2}{d}$	passan		di
	2	$M_i(g)$		
4	4	0	0	0
2	3	1.2	3.6	0.4
1	1.5	8.96	13.44	5.97
0,8	0.9	4.68	4.21	5.2
0,5	0.65	30.58	19.88	47.04
0, 1	0.3	826.31	247.89	2754.36
0,09	0.095	12.32	1.17	129.68
0,071	0.0805	30.27	2.44	376.02
< 0,071	0.071	45.99	3.26	647.74
Total	_	$\sum mi = 960.31$	$\sum midi = 295.89$	$\sum \frac{mi}{di} = 3966.39$

Tableau 5 : variation des diamètres et de la surface spécifique en fonction des ouvertures de tamis de 90

Tableau 6 : variation des diamètres et de la surface spécifique en fonction des ouvertures de tamis de 91

Ouverture des	Diamètre moy	Masse des	$m_i d_i$	mi
tamis d _i (mm)91	$d = \frac{d1+D2}{d1+D2}$	passants		di
	2	$M_i(g)$		
4	4	0	0	0
2	3	1.16	3.48	0.38
1	1.5	8.1	12.15	5.4
0,8	0.9	4.79	43.11	5.32
0,5	0.65	28.72	1866.8	44.18
0, 1	0.3	912.25	273.67	3040.83
0,09	0.095	5.95	0.56	62.63
0,071	0.0805	10.58	0.85	131.42
< 0,071	0.071	8.21	0.58	115.63
Total	_	$\sum mi = 454,59$	$\sum midi = 2201.2$	$\sum \frac{mi}{di} = 3405.79$

Diamètre équivalent en volume : $d_v = \frac{\sum midi}{\sum mi}$ Diamètre en surface / volume : $d_{sv} = \frac{\sum mi}{\sum \frac{mi}{di}}$ Surface spécifique : $S_0 = \frac{6}{dsv}$

Tableau 7 : Variation de la dimension de la maille élémentaire a (A°), de la taille moyenne des cristaux de 30A

Minéral	a (A°)	Taille moyenne des cristaux (°A)					
			FF	FI		FG	
Fluorapatite	9.38	2Théta	néta T(°A) 2Théta T(°A)		2Théta	T(°A)	
-		28.1590	490		NI	-	34.1596
		34.1590	497			-	-
		42.4905	255			-	-
		44.9358	1405			-	-
		49.5971	581			-	-
		61.7479	277			-	-
		-	Tm=584,16	-	-	-	Tm=339
Carbonate-	9.309	25.8316	696	53.0207	442	25.7995	975
hydroxylapatit		48.4230	372	-	-	48.4191	356
e		-	Tm=534	-	Tm=442	-	Tm=665.5
Carbonate-	9.346	32.0384	494	32.0363	412	32.0327	368
fluorapatite		33.2923	496	25.8438	812	33.2358	581
		40.2377	361	40.2927	316	40.1987	518
		47.0358	288	47.0113	324	44.8544	527
		-	-	51.0147	272	49.5873	357
		-	-	-	-	51.0142	539
		-	Tm=409.75	-	Tm427.2=	-	Tm=481.6
							7
Dolomite	4.8112	30.9519	821	30.9435	821	30.918	673
		37.3668	358	39.437	504	-	-
		-	Tm=589.5	-	Tm=662.5	-	Tm=673

Minéral	a (A°)	Taille moyenne des cristaux (°A)					
		FF		FI		FG	
Fluorapatite		2Théta	T (°A)	2Théta	T (°A)	2Théta	T (°A)
_		25.884	348	28.108	612	32.070	618
		34.211	355	32.264	824	49.128	374
		-	-	34.134	414	-	-
		-	-	49.574	374	-	-
		-	-	53.056	442	-	-
		-	Tm=351.5	-	Tm=533.2	-	Tm=496
Carbonate-		28.172	490	28,14	679	28.128	612
hydroxylapatite		53.172	443	-	-	48.421	372
		-	-	-	-	53.141	332
		-	Tm=466.5	-	Tm=679		Tm=438.67
Carbonate-		32.056	353	33.236	826	25.896	541
fluorapatite		49.722	374	29.224	614	33.320	310
		-	-	40.186	281	34.192	402
		-	-	56.306	269	47.028	288
		-	-	51.833	293	-	-
		-	Tm=363.5	-	Tm=456.6	-	Tm=385.25
Dolomite		31,002	547	30.916	1232	24.036	202
		35.303	312	44.900	1405	30.974	704
		41.162	845	-	-	37.319	358
		44.947	1285	-	-	41.133	317
		51.081	658	-	-	44.932	321
		59.839	685	-	-	51.062	877
		63.430	558	-	-	-	-
		67.435	714	-	-	-	-
		-	Tm=700.5	-	Tm=1318.5	-	Tm=463.17

Tableau 8 : Variation de la dimension de la maille élémentaire a (A°), de la taille moyenne des cristaux de 33A

Minéral	a (A°)		T	aille moyenne	e des cristaux (°A)		
		l	FF	FI			FG	
Fluorapatite	9.38	2Théta	T(°A)	2Théta	T(°A)	2Théta	T(°A)	
		21.910	202	21.9511	302	21.9270	403	
		28.097	408	22.9315	404	28.1051	408	
		29.1797	307	28.1308	490	34.1411	355	
		34.1569	255	42.4219	261	39.3741	420	
		-	-	49.5797	268	42.4158	255	
		-	-	53.1049	544	46.9735	370	
		-	Tm=293	-	Tm=378.17	-	Tm=368.5	
Carbonate-	9.309	25.7973	406	25.8213	487	25.8036	975	
hydroxylapatite		31.9738	405	52.4667	310	48.3910	434	
		33.1958	339	-	-	-	-	
		40.2292	259	-	-	-	-	
		47.038	236	-		-	-	
		51.022	308	-	_	-		
		-	Tm=325.5	-	Tm=398.5		Tm=704.5	
Carbonate-		25.7973	406	32.2779	450	29.2101	409	
fluorapatite	9.346	-	-	29.2161	805	32.678	824	
		-	-	33.2525	254	33.2410	413	
		-	-	-	-	51.7667	440	
		-	Tm=406	-	Tm=503	-	Tm=521.5	
Dolomite	4.8112	30.9314	1347	46.9745	303	43.8166	320	
		44.8768	263	-	-	44.8816	856	
		59.7377	749	-	-	-	-	
		67.340	789	-	-	-	-	
		-	Tm=787	-	Tm=303	-	Tm=588	

Tableau 9 : Variation de la dimension de la maille élémentaire a (A°), de la taille moyenne des cristaux de 34

Minéral	a (A°)		Taille n	noyenne des	cristaux (°A)	
		F	ΤF		FI	FG
Fluorapatite	9.38	2TI	néta	Т	(°A)	2Théta
		21.9583	403	21.9574	202	NI
		25.7931	696	22.9839	404	
		34.1552	339	28.1318	350	
		42.3974	209	29.1497	350	
		49.5509	306	34.1319	710	
		-	-	39.3715	504	
		-	-	42.4333	255	
		-	-	46.9730	324	
		-	Tm=390.6	-	Tm=343.62	
Carbonate-	9.309	48.413	267	25.8032	609	NI
hydroxylapatite		53.0356	435	49.6002	747	
		-	Tm=351	-	Tm=678	
Carbonate-	9.346	32.0367	450	32.2797	824	NI
fluorapatite		33.2267	581	33.2569	620	
		40.2470	230	40.1889	316	
		46.9893	531	-	-	
		-	Tm=448	-	Tm=586.67	
Dolomite	4.8112	30.9278	808	43.8249	427	NI
		43.7860	300	-	-	
		51.0118	431	-	-	
		59.7973	281	-	-	
		64.3607	192	-	-	
		67.338	780	-	_	
		70.4363	298	-	-	
		-	Tm=441.43	-	Tm=427	

Tableau 10 : Variation de la dimension de la maille élémentaire a (A°), de la taille moyenne des cristaux de 90

Minéral	a (A°)	Taille moyenne des cristaux (°A)						
			FF		FI	F	FG	
Fluorapatite	9.38	2Théta	T (°A)	2Théta	T (°A)	2Théta	T (°A)	
_		21.865	202	21.948	202	l	NI	
		22.892	202	22.987	202			
		31.918	412	32.1694	824			
		33.120	354	34.1479	414			
		48.312	325	39.3557	420			
		49.470	327	42.5000	319			
		56.158	336	61.8043	395			
		-	Tm=308.28	-	Tm=396.57			
Carbonate-	9.309	43.761	320	25.8146	541	1	NI	
hydroxylapatit		-	-	49.5975	747			
e		-	Tm=320	-	Tm=644			
Carbonate-	9.346	40.151	316	29.2154	614	l	NI	
fluorapatite		3						
		42.315	318	32.0157	494			
		4						
		44.817	856	40.2319	316			
		46.967	288	46.9937	324			
		1						
		-	-	49.5975	747			
		-	-	51.0319	439			
		-	Tm=444.5	-	Tm=489			
Dolomite	4.8112		NI	43.8558	320	1	NI	
				-	Tm=320			

Tableau 11 : Variation de la dimension de la maille élémentaire a (A°), de la taille moyennedes cristauxde 91

1 - Dosage du P₂O₅ : Méthode spectrophotométrie automatique (Auto analyseur Technicon) NF U42-201 :

- ✓ Principe : Formation d'un complexe jaune entre les ions phosphoriques vanadiques, molybdiques ; détermination automatique à l'aide de l'auto analyseur Technicon.
- ✓ Réactifs
- > Acide nitrique HNO_{3} , D=1,38 ; 65% en poids.
- > Acide perchlorique $HClO_4$ D=1,61 ; 70% en poids.
- Réactif vanado-molybdique.

✓ Préparation du réactif vanado-molybdique

Mélanger dans l'ordre et en proportion égales les trois solutions.

3-1) Solution A : Préparer 2000ml d'une solution contenant un volume de HNO_3 (1) et deux volumes d'eau distillée.

3-2) Solution B : Dissoudre 5g de metavanadate d'ammonium NH_4VO_3 dans 500ml de l'eau distillée bouillante.

-Ajouter 40ml de HNO_3 (1) et compléter à 2000ml avec de l'eau distillée et laisser refroidir.

3-3) Solution C : Dissoudre 100g de molybdate d'ammonium Mo_7O_{24} (NH₄)₆4H₂O Dans 1500ml de l'eau bouillante et compléter à 2000ml par l'eau distillée.

✓ Préparation de la gamme d'étalonnage

4-1) Solution mère de concentration 10 mg/ml en P₂O₅ :

Préparer la solution étalon mère à partir de $NH_4H_2PO_4$ phosphate monoammonique où phosphate mono potassique KH_2PO_4 sécher à 105°C pendant 2 heures.

Peser 19,174 g de KH_2PO_4 déjà séché et l'introduire dans une fiole jaugée de 1000ml avec l'eau distillée.

4-2) Solutions étalons filles :

A partir de la solution étalon mère préparer alors 7 solutions étalons filles de la façon suivante :

Dans une séries des fioles de 500ml introduire les volumes de solution mère respectivement : 5-10-15-20-25-30 ml.

Dans toutes les fioles ajouter 15ml de $HClO_4$ (2), compléter le volume au trait de jauge avec de l'eau distillée, homogénéisé.

Elles correspondent selon l'attaque perchlorique à des teneurs en % P_2O_5 suivants :5-10-15-20-25-30-35%.

✓ Appareillage

-Matériel courant de laboratoire et notamment

-Fioles jaugés de class A

-Pipettes à un trait de class A

-Etuve réglée à 110°C+-5°C

-Spectrophotomètre équipé d'un monochromateur réglé sur la longueur de 430nm

Faire passer les solutions étalons et les solutions analyses dans l'appareil

Et déterminer les concentrations en % P2O5 en fonction des densités optiques pour une longueur d'onde à 430 nm.

Réaction de la formation du complexe phospho vanado molybdique est

 $PO_4^{-3} + VO_3^{-1} + MoO_4^{-2} + 11H^+ - H3 P(VO_3 MoO_4) + 4H_2O$

Le dosage du P205 nous permet de savoir la teneur du phosphate

Tricalcique qui est le TPL (triple phosphate of lime) soit :

%P2O5 X 2.185 = %TPL

Avec MM $[Ca(PO4)2] / MM P_2O_5 = 2.185$ d'aprés la réaction:

 $Ca_3(PO4)_2 - P_2O_5 + 3 CaO.$

2 - Dosage du Magnésium MgO : Méthode par absorption atomique NF U44-145

✓ Principe

Détermination de la teneur en magnésium dans une solution d'essai par spectrométrie d'adsorption atomique en présence de l'oxyde de lanthane Ou chlorure de lanthane.

✓ Réactifs

- > Acide chlorhydrique concentre D=1,19.37% en poids.
- Solution étalon mère de : 1g/litre de magnésium.
- Solution fille de : 100mg/litre en magnésium (50ml dans 500ml de solution)

Tampon spectrochimique au lanthane :

Peser 58,64 grammes de (La₂O₃) et le dissoudre dans une fiole jaugée de 1 litre puis le ntement et avec précaution , ajouter 250 ml d'acide chlorhydrique concentré après dissolution ajuster et jauger avec de l'eau distillée .

Gamme d'étalonnage :

Dans une série des fioles de 100 ml ajouter successivement 1ml, 2ml, 4ml, 6ml de la solution fille puis 2ml d'oxyde de lanthane et 2 ml d'acide chlorhydrique dans chaque fiole ajuster aux traits de jauge avec de l'eau distillée.

Ce volume correspond à : 0,5mg/l .1, 0mg/l .2, .mg/l. 3,0mg/l en magnésium.

- Appareil spectrométrie d'absorption atomique équipé d'un brûleur air-acethylene et d'une lampe à cathode creuse en magnésium pour une longueur d'onde de 285,2 nm pour ce dosage de magnésium.

✓ Appareillage

- Matériel courant de laboratoire
- Spectrophotomètre d'absorption atomique, muni d'une lampe à cathode creuse pour le dosage du magnésium et d'un brûleur air-acétyléne.AAS3300
- Installation d'air comprimé.
- Acétylène.
- ✓ Mode opératoire

Prélever 5ml de la solution d'attaque perchlorique ou nitro-chlorhydrique dans une fiole jaugée de 100ml ajouter 2ml de lanthane et 2ml d'acide chlorhydrique concentré ajuster la fiole à 100ml et passer au spectrophotomètre d'absorption atomique.

A partir de la gamme d'étalonnage et le blanc des réactifs tracer la courbe d'étalonnage en ordonné les absorbances et en abaisse les concentrations en mg/l de magnésium.

✓ Réaction de l'attaque

M g CO3 + 2 HCLO4 ----- Mg (ClO4)2 + H2CO3

CaCO3 + 2 HCLO4 ----- Ca(ClO4)2 +H2CO3.

✓ Calcul

%MgO=CxVtx200x100/VPxE=Cx3, 316

C= Concentration en mg/l, d'après la courbe d'étalonnage.

 V_t = Volume de la solution d'attaque (500ml).

- E= Prise d'essai en gramme (1g).
- V_P= Volume prélever pour l'essai (5ml).

3 - Dosage du Calcium CaO Par complexometrie EDTA NF U44-146

✓ Principe

Sur une solution obtenue par attaque perchlorique ou nitro-chlorhydrique.

Titrage complexometrie du calcium par EDTA en milieu alcalin à PH=12.

En présence de triethanolamine pour bloquer certains ions gênants comme l'aluminium ou le fer.

L'indicateur utilisé est l'acide calcone carboxylique ou HHSNN.

✓ Réactifs

- ➢ EDTA à 0,05 M séché à 105°C pour 2heures (18,6215g/l).
- Soude caustique NaOH à 4N (160g/l).
- Indicateur 0,1 gramme de réactif pâton et reeder (acide carboxylique) dans 100g de sulfate de sodium anhydre.
- > Triethanolamine à 50% (50mldans 100ml de solution.

✓ Appareillage

-Matériel courant de laboratoire

✓ Mode opératoire

Prélever 25ml de solution d'attaque dans une fiole conique de 500ml ajouter 100ml d'eau distillée et 5ml de Triethanolamine, agitant la fiole conique ajouter 10mlde soude et titrer par l'EDTA en présence de l'indicateur jusqu'au virage orange soit V_1 le volume trouvé du titrage.

✓ Calcul

 $CaO = V_1 x_2,804 x V t x_1 00 / V_P x g = V_1 x_5.608$

 V_t = volume total de l'attaque soit 500ml.

V_P= volume prélever pour l'essai soit 25ml.

g = prise d'essais en gramme soit 1g.

4 - Dosage de l'anhydride carbonique CO₂ Par Clcimetre de BERNARD

✓ Principe

Attaque de phosphate par l'acide chlorhydrique, en récipient fermé, mesure du volume gazeux dégagé. Le dégagement éventuel d'hydrogène sulfuré est empêché par addition de sulfate de cuivre.

✓ Réactifs

- > Acide chlorhydrique solution à 50% en volume.
- Sulfate de cuivre anhydre
- Etalons : carbonate de calcium pur et sec.

✓ Appareillage

- > Appareil de mesure du dégagement gazeux (calcimétre de BERNARD).
- Fiole d'attaque à fond plat, forme poire de 150ml.
- Tubes à hémolyse de 5ml. (65x13 mm).
- Billes de verre (diamètre 4mm).
- > Thermomètre.
- Chronomètre.
- Pince en bois.
- Matériel courant.

✓ Mode opératoire

- Peser une masse convenable d'échantillon broyé (en général 1g), et l'introduire dans la fiole poire sèche. Placer dans la fiole 10à12 billes de verre.D'autre part, dans des tubes hémolyse introduire 5ml de sulfate de cuivre.
- L'introduire le tube à hémolyse dans la fiole contenant l'échantillon, sans renverser le liquide.
- > Incliner la fiole pour verser le contenu des tubes à hémolyse sur l'échantillon.
- Abaisser le réservoir pour maintenir le liquide à peu prés au même niveau dans le tube mesureur et dans le réservoir.
- Agiter la fiole, sans interruption, jusqu' au moment ou le niveau du liquide dans le tube mesureur ne varie plus.
- Laisser refroidir sans agiter. Noter de 5 en 5 mn la température et le volume dégagé .lorsque la température est égale à la température initiale, noter le volume, en prenant soin d'amener le liquide au même niveau dans le réservoir et dans le tube mesureur.

✓ Calcul

Utilisation de la table de calcul:

f coefficient de proportionnalité, calculé à partir de la température t^oc et de la pression p mm Hg à l'équilibre .les coefficients f sont indiqués dans le tableau (1).

v volume gazeux dégagé, en millilitres.

La masse m d'anhydride dégagé, en milligrammes est :

$$m = 10 f v$$

E = masse de la prise d'essai, en gramme.

m = masse d'anhydride carbonique contenue dans la prise d'essai en milligrammes.

La teneur en anhydride carbonique est :

 $CO_2 = m/1000 \times 100/E = 0,1 \times m/E. \ CO_2 = 0,1 \times m/E = f \times v/E$

Résumé

Le gisement de phosphate Djebel Onk, est l'un des gisements les plus importants dans le monde, grâce à son potentiel en phosphate il joue un rôle dans le développement de l'économie nationale, il produit deux qualités de phosphate à savoir : le 63-65% et le 66-68% TPL.

Notre étude a porté sur le phosphate beige de gisement de Kef Es Senoun. L'objectif principal est l'évaluation des caractéristiques chimiques et minéralogiques du minerai de phosphate beige dans la chaine de traitement (voie humide et sèche). Les résultats principaux ont montré que - La majeure partie de la masse globale de des échantillons prélevés (30 A, 34, 45, 90, 33A et 91), avec près de 50% est concentrée dans la tranche granulométrique de dimension (-0,5 +0,1mm), constituant ainsi la maille de libération optimale des grains phosphatés. Toutefois, on a enregistré la libération des particules phosphatées au cours du traitement, ce qui a montré le degré d'enrichissement du minerai par le procédé de traitement (principalement par voie humide). La composition minéralogique a révélé la réduction de plus en plus de pic principale de la dolomite (D) jusqu'à sa disparition pour le produit final et l'augmentation de l'intensité des pics de la fluorapatite (A) et de carbonate fluorapatite (C). Le paramètre de maille "a" est resté invariable pour tous les minéraux majoritaires identifiés ceci est dù à l'absence de toute microdéformation des cristaux. La taille des cristaux a varié par fraction minéralogique et par fraction granulométrique.

Mots clés: Phosphate beige, kef es sennoun, traitement, minéralogie, paramètre "a", taille, cristaux

Abstract

The phosphate deposit of Djebel Onk, is one an deposit in the world, it have an role the development of à national economy, it produces two quality phosphate 63-65% and 66-68% TPL.

Our study is focused on the beige phosphate Kef Es Senoun deposit. The main objective is the evaluation of chemical and mineralogical characteristics of beige phosphate ore in the processing chain (wet and dry). The main results showed that - Much of the overall mass of samples (30 A, 34, 45, 90, 33A and 91), with nearly 50% is concentrated in the particle size range (-0, 5 + 0.1mm), constituting the optimum mesh release of phosphate grains. However, the particle release was recorded phosphate during processing, which showed the degree of enrichment of the ore by the method of treatment (mainly wet). The mineralogical composition reported reduction increasingly main peak dolomite (D) until it disappears in the final product and increasing the peak intensity of fluorapatite (A) and carbonate fluorapatite (C). The lattice parameter "a" has remained invariable for all the majority minerals identified due to the absence of any microstrain crystals. Crystal size varied by mineralogical fraction and size fraction.

Keywords: beige Phosphate, Kef Es Sennoun, processing, mineralogy, "a" parameter, size, crystal.