



Université Abderrahmane Mira de Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et géologie

Memoire de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Mines

Option : Valorisation des Ressources Minérales

Présenté par

NOUIOUA Dounia

MERBAI hana

Thème

Influence du broyage sur les caractéristiques chimiques et minéralogiques du minerai de phosphate beige de gisement de Kef Essennoun de la mine de Djebel Onk (Tébessa)

Soutenu le 26/ 06 /2016 devant le jury composé de:

Président (e) : Mme BOUZIDI.N (MCA)

Promotrice : Mme MALEK.N (MCB)

Examineur : Mr AYADEN. B (MAA)

Année Universitaire: 2015-2016

Remerciement

Nous remercions dieu qui nous a donnée du courage et de la patience pour arriver à terminer ce travail.

Nous tenons à remercier notre encadreur de mémoire, Mme MALEK Nouara maitre de conférences à l'université de Béjaia, pour ses orientations enrichissantes et son encadrement scientifique, ce qui a permis de donner plus de valeur à l'ensemble de ce travail.

Nous remercions aussi Mr AIT MEZREG Farid chercheur à l'université de Béjaia, qui s'est toujours montré à l'écoute, pour ses conseils et son aide.

Nous remercions les membres de jury qui nous font honneur de juger ce modeste travail (Mme Bouzidi et Mr Ayaden).

On remercie également tout le personnel de la mine de Djbel Onk pour leur accueil chaleureux et leurs conseils (Mr KHELFI Abd Rehmen, Mr AMARA Bessam, Mr KHAZEN zin El Abidin).

Nous sommes reconnaissantes envers tous nos enseignants qui nous ont transmis du savoir.

Enfin, à tout ceux et celle qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Sommaire

Liste des abréviations.....	I
Liste des figures	II
Liste des tableaux	IV
Introduction générale	1

Chapitre I : Recherche bibliographique

Introduction	3
I.1. Généralité sur le phosphate	3
I.1.1. Le phosphate.....	3
I.1.2. Rappel historique.....	4
I.1.3. Origine des gisements de phosphate	4
I.1.3.1. Origine ignée	4
I.1.3.2. Origine sédimentaire	4
I.1.4. Caractéristiques générale des phosphates naturels.....	4
I.1.4.1. Caractéristique minéralogiques	5
I.1.4.2. Caractéristique pétrographiques	6
I.1.4.3. Caractéristique morphologiques	6
I.1.5. Nature et composition des phosphates naturels.....	7
I.1.5.1. Phosphate macro- cristallins	7
I.1.5.2. Phosphate micro- cristallins	7
I.1.5.3. Phosphate crypto- cristallins	7
I.1.6. Chimie des phosphates	8
I.1.7. Domaine d'utilisation des phosphates	8
I.1.8. Phosphates et l'environnement.....	8
I.1.9. Les gisements de phosphates dans le monde	9

I.1.10. Le phosphate algérien.....	9
I.2. Aperçu sur la mine de djebel Onk	10
I.2.1. Historique	10
I.2.2. La géologie de djebel Onk.....	10
I.2.3. Caractéristiques du gisement	12
I.2.4. Présentation des phosphates de kef Essennoun.....	12
I.2.4.1. Situation géographique	13
I.2.4.2. Aperçu hydrogéologique.....	14
I.3. Conditions minière d'exploitation du minerai de phosphate de djebel Onk ..	14
I.3.1. Définition de la méthode d'exploitation.....	14
I.3.2. Travaux d'exploitation.....	14
I.3.3. L'enrichissement du minerai de djebel Onk	15
I.3.3.1. Préparation mécanique.....	15
I.3.3.2. Traitement par voie humide	16
I.3.3.3. Traitement par voie sèche	17
Conclusion	18

Chapitre II : technologie de la fragmentation et libération des minéraux utiles

Introduction	19
II.1. Technologie de la fragmentation	19
II.1.1. Définition.....	19
II.1.2. Objectif du processus de fragmentation	19
II.1.3. Choix d'une technologie de fragmentation.....	20
II.1.4. Appareils de fragmentation mécanique	20
II.1.5. La granularité et la broyabilité.....	20
II.1.6. Lois énergétique.....	21
II.1.7. Fragmentation fin-broyage	21
II.1.7.1. objectif et but de broyage	21

II.1.7.2. paramètre du broyage	22
II.1.7.3. types de broyage	22
a. Broyage sec	22
b. Broyage humide	22
II.1.7.4. types des broyeurs	23
a. Broyeurs à corps broyant libres.....	23
b. Broyeurs sans corps broyant libres	25
II.2. Généralité sur la libération des minéraux	26
II.3. Effet des méthodes de la fragmentation sur la libération des minéraux utiles	28
Conclusion	32

Chapitre III : Méthodes utilisés et matériels

Introduction	33
III.1. Préparation et traitement du minerai	33
III.1.1. Echantillonnage	33
III.1.2. Préparation mécanique (analyse granulométrique)	34
III.1.2.1. Concassage	34
III.1.2.2. Homogénéisation	34
III.1.2.3. Tamisage	35
III.1.2.4. Broyage	36
III.2. Analyse et caractérisation	37
III.2.1. Analyse chimique.....	37
III.2.2. Analyse minéralogique.....	38
III.2.2.1. Diffraction des rayons X	38
III.2.2.2. observation au microscope électronique à balayage	38
Conclusion	39

Chapitre IV : résultats et interprétation

Introduction	40
IV.1. Analyse granulométrique	40
IV.1.1. Analyse granulométrique de l'échantillon global de phosphate	40
IV.1.2. Influence de temps de broyage sur la granulométrie de minerai de phosphate	41
IV.2. Analyse chimique	43

IV.2.1. Analyse chimique avant broyage	43
IV.2.2. Influence du broyage sur la composition chimique	43
IV.3. Caractérisation minéralogique	47
IV.3.1. Caractérisation minéralogique par diffraction des rayons X.....	47
IV.3.1.1. Caractérisation minéralogique des échantillons de minerai de phosphate avant broyage	47
IV.3.1.2. Caractérisation minéralogique des échantillons du minerai de phosphate après broyage	49
a. Caractérisation de la fraction intermédiaire (FI)	49
b. Caractérisation de la fraction fine (FF)	50
IV.3.1.3. Influence du broyage sur les propriétés minéralogique du phosphate	51
IV.3.2. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)	53
Conclusion	55
Conclusion général	56
Références bibliographiques	58
Annexes	

Liste des abréviations

SONAREM	Société nationale de recherche et d'exploitation minière
FERPHOS	Entreprise nationale du Fer et du Phosphate
SOMIPHOS	Société des mines de phosphate
CERPHOS	Centre de recherche de phosphate
BRGM	Bureau de recherche et géologie minière
DRX	Diffraction du rayon X
MEB	microscope électronique à balayage
FG	Fraction grossière
FI	Fraction intermédiaire
FF	Fraction fine
min	Minute
D max	Dimension maximale
mm	Millimètre
µm	Micro mètre
ml	Millilitre
HZ	Hertz
g	Gramme
Kg	Kilo gramme
W	Watt
Wi	L'indice de bond
t	Temps
T/h	Temps par heures
T	Température
g/cm³	Gramme par centimètre au cube
d	Densité
mg/ml	Milligramme par millilitre
nm	Nano mètre
g/l	Gramme par litre
mg/l	Milligramme par litre
KWh/t	Kilo watt heure par tonne
TV	Tous venants

Listes des figures

Figure 1 : Gisements potentiellement de phosphate dans le monde	9
Figure 2 : Carte géographique de la région de Djebel Onk	11
Figure 3 : Carte de situation géographique des gisements de Djebel Onk	12
Figure 4 : Schéma technologique de la préparation mécanique	15
Figure 5 : Schéma de débouillage	16
Figure 6 : Schéma de dépoussiérage	17
Figure 7 : Types de mouvement des corps broyant.....	23
Figure 8 : Broyeur à boulet	23
Figure 9 : Broyeur autogène.....	24
Figure 10 : Broyeur à cylindre	25
Figure 11 : Etapes de libération d'un minéral.....	27
Figure 12 : Illustration des deux modes de libération	28
Figure 13 : Schématisation des types de contrainte	31
Figure 14 : Diviseur à couloir	33
Figure 15 : Mortier et pilon.....	34
Figure 16 : Diviseur à compartiment	34
Figure 17 : Tamiseuse électrique	35
Figure 18 : Balance électrique.....	36
Figure 19 : Vibro broyeur	36
Figure 20 : Présentation de l'échantillon global	40
Figure 21 : Histogramme de l'analyse granulométrique l'échantillon global avant broyage	41
Figure 22 : Histogramme de l'analyse granulométrique avant et après broyage à différents temps de broyage	42
Figure 23 : Evolution de la teneur en P_2O_5 de la fraction intermédiaire (FI) et fine (FF) en fonction du temps de broyage	44

Figure 24 : Evolution de la teneur de MgO de la fraction intermédiaire(FI) et fine(FF) en fonction du temps de broyage.	45
Figure 25 : Evolution de la teneur de CO ₂ de la fraction intermédiaire (FI) et fine(FF) en fonction du temps de broyage.	46
Figure 26 : Diffractogrammes des rayons X du minerai de phosphate brut (global) et les fractions granulométrique : grossière, intermédiaire et fine avant le broyage	48
Figure 27 : Diffractogrammes des rayons X de la fraction intermédiaire (-1mm+0.1mm) du minerai de phosphate en fonction du temps de broyage	49
Figure 28 : Diffractogrammes des rayons X de la fraction fine (<0.1 mm) du minerai de phosphate en fonction du temps de broyage.	50
Figure 29 : Observation au MEB de l'échantillon de minerai de phosphate global, la fraction intermédiaire et fine avant et après broyage.....	54

Liste des tableaux

Tableau 1: Caractéristiques de la tamiseuse électrique	33
Tableau 2: Caractéristiques du vibro broyeur	35
Tableau 3: Analyse granulométrique de l'échantillon globale de phosphate beige de Kef Essennoun.....	40
Tableau 4: Analyse granulométrique de l'échantillon de phosphate broyé à différents temps ($t_1= 0$ min, $t_2= 2$ min, $t_3= 4$ min, $t_4= 8$ min et $t_5= 12$ min).....	42
Tableau 5: Analyse chimique par fractions de l'échantillon globale avant broyage.	43
Tableau 6: Influence du broyage sur les paramètres élémentaire de cristal de l'hydroxylapatite de la fraction intermédiaire (+0.1 mm-1mm) et fine (<0.1 mm) de minerai de phosphate.....	51
Tableau 7: Influence du broyage sur les paramètres élémentaire de cristal du carbonate fluorapatite de la fraction intermédiaire (+0.1 mm-1mm) et fine (<0.1 mm) de minerai de phosphate.	52
Tableau 8: Influence du broyage sur les paramètres élémentaire de cristal du fluorapatite de la fraction intermédiaire (+0.1 mm-1mm) et fine (<0.1 mm) de minerai de phosphate	52
Tableau 9: Influence du broyage sur les paramètres élémentaire de cristal de la dolomite de la fraction intermédiaire (+0.1 mm-1mm) et fine (<0.1 mm) de minerai de phosphate.	53

Introduction générale

L'Algérie est un pays riche en divers substance utile dont la majorité n'est pas encore mise en valeur, le sol Algérien contient des réserves minéraux, fer, phosphate, plomb zinc cuivre baryte argiles pouzzolane marbre et autres qualité en gypse et calcaire [14].

L'industrie minière est une activité qui a pour objet l'extraction et le traitement de différents minerais qui représente un pole industriel et économique. Elle joue un rôle important dans l'économie mondiale.

Le complexe minier de DJEBEL ONK est spécialisé dans l'exploitation et le traitement des phosphates. Il appartient au group FERFOS.

L'usine de Djebel El Onk située au Sud-Est de l'Algérie, à 100 km de la Wilaya de Tébessa et à 20 km de la frontière Algéro -Tunisienne. Il est implantée dans le cadre de traiter et de produire un phosphate riche en P_2O_5 , destiné aux différentes industries ; telle que l'usine d'ASMIDAL située dans la wilaya d'Annaba soit par voie ferrée ou par transport routier. La totalité de la production est de l'ordre de quelques milliards de tonnes qui sont exportées, comme matière première, à destination de plusieurs pays à travers le monde [7].

Ils présentent une large gamme d'utilisation dans divers domaines, notamment, l'industrie des engrais et la fabrication des acides phosphoriques. D'autres secteurs, tels que : l'industrie des peintures, les céramiques, le traitement des eaux, les produits cosmétiques et pharmaceutiques et autres [11].

En raison de la qualité du phosphate l'exploitation est axée actuellement vers Kef Essenoun. Dans cet endroit ; il existe deux différentes couleurs de phosphate qui sont :

- La couleur sombre (gris).
- La couleur claire (beige).

La zone de Djebel El Onk se compose de deux parties : une mine à ciel ouvert et l'usine de traitement de phosphate [7].

L'industrie de la préparation des minerais qui avant tout est destinée à l'enrichissement des minéraux utiles est un ensemble des procédés du traitement mécanique des minerais, augmentant la teneur en composant utile [14]. D'après leur destination peuvent être classés en deux groupes;

- procédés et machines de fragmentation,
- procédés et machines d'enrichissement

La fragmentation mécanique des solides peut se définir comme l'ensemble des opérations (concassage, broyage,...). Le broyage est l'étape de la communication ou il est essentiel de contrôler la dimension du produit broyé [20].

L'objectif de notre travail consiste à étudier l'influence de broyage sur les caractéristiques chimique et minéralogique du minerai de phosphate beige de Djebel Onk.

Afin de réaliser notre travail, nous avons eu l'opportunité d'effectuer un stage pratique au sein de Djbel Onk à Tébessa et cela nous a permis de mettre en pratique nos connaissances acquises durant notre cycle de master.

Ainsi que la réalisation de ce travail a nécessité l'utilisation des différentes méthodes de caractérisation chimique (par spectrométrie atomique (SAA) et par Calcimètre de BERNARD) et minéralogiques (par diffraction des rayons X (DRX) et par microscope électronique à balayage (MEB)).

Ce travail est composé de quatre chapitres:

Dans le premier nous présenterons une recherche bibliographique sur les notions générales des phosphates naturels : origine des gisements de phosphate, domaines d'applications industrielles, ainsi que leurs propriétés physico-chimiques : minéralogique, pétrographique,...etc, sur la mine de Djebel et sur le gisement étudié celui de Kef Essennoun.

Dans le deuxième chapitre, nous présenterons une recherche bibliographique traitant la technologie de la fragmentation, ainsi que une généralité sur la libération des minéraux.

Dans le troisième chapitre, on présente le matériels et les méthodes d'analyses utilisées (on commence par une préparation mécanique puis on passe à l'analyse et caractérisation des produits (chimique, minéralogique : DRX et MEB)).

Le quatrième chapitre est consacré à la caractérisation chimique et minéralogique du minerai de phosphate du gisement de Kef Es Sennoun de Djebel Onk. En premier lieu, l'étude englobe les analyses granulométriques, minéralogiques, chimiques des minerais avant et après broyage.

Enfin nous terminons par une conclusion générale.

Introduction

Les phosphates naturels se classent parmi les minerais les plus indispensables à notre civilisation, ils sont devenus la source d'un élément d'une importance considérable, avec le phosphore nous touchons au premier élément fondamental, dont la distribution dans le monde est loin d'être aussi généreuse ; mais grâce au gisement de phosphate peut être aisément corrigée [1].

I.1. Généralités sur le phosphate

I.1.1. Le phosphate

Le phosphate est recherché pour le phosphore qu'il contient. Désigné en chimie par la lettre P. c'est un élément vital présent dans tous les organismes vivants, il n'existe pas d'espèces qui n'utilisent sa chimie (enzyme, transport d'énergie, processus biologiques, aliment etc.). Le corps humain contient environ 1% massique de cet élément, présent à plus de 85% dans les os et les dents sous formes de phosphate de calcium [5].

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 [2].

I.1.2. Rappel historique

Le phosphore a été découvert en 1669 dans l'urine humaine par l'Arabe Henning Brand, un alchimiste allemand également à la recherche de la pierre philosophale. Il a isolé cet élément en traitant une grande quantité d'urine par évaporations et distillations successives. Enfin par chauffage prolongé, il a constaté la présence d'une matière solide déposée sur les parois de ses cornues. Ce dépôt présentait la caractéristique d'émettre une lumière blanchâtre dans le noir en présence d'air (d'où le nom de phosphore : du grec phos, lumière et phoros, celui qui porte). Vers 1690, l'anglais Robert Boyle a amélioré le procédé. Il est maintenant extrait de roches ayant un fort contenu en phosphates. Ces roches existent partout dans le monde et le phosphore représente quantitativement le onzième élément parmi les constituants de la croûte terrestre [4].

I.1.3. Origine des gisements de phosphates

Selon l'origine géologique, les gisements du phosphate se répartissent en deux groupes principaux [5], [6].

I.1.3.1. Origine ignée

Les gisements d'origine ignée sont les moins nombreux actuellement, ils fournissent 12% de la production mondiale de phosphate. Ces gisements contiennent jusqu'à 35% et 37% de phosphore exprimé en P_2O_5 . On les rencontre dans des terrains très anciens où ils peuvent constituer des couches atteignant plusieurs dizaines de mètres d'épaisseur. Dans ce genre de gisement, le phosphate est sous forme d'apatite bien cristallisée.

Les apatites d'origine ignée se caractérisent en usine par une attaque acide qui comporte quelques difficultés. Si leur richesse élevée en P_2O_5 permet d'obtenir aisément du super phosphate (20% P_2O_5) soluble dans l'eau; leur inconvénient c'est qu'ils exigent des précautions et des traitements en cours de fabrications et de mûrissement que les phosphates sédimentaires ne réclament pas [5], [6].

I.1.3.2. Origine sédimentaire

Il fournit plus de 85% de la production mondiale. Il est très répandue et se rencontre dans des étages géologiques très variés, mais tous les gisements recensés ne sont pas nécessairement exploitable; leur situation géographique, leur richesse en phosphate tricalcique, leur dimension. Les travaux à entreprendre pour extraire le minerai et les opérations que ce dernier doit subir pour devenir marchand limitent l'exploitation actuelle des phosphates sédimentaires à un nombre restreint de gisement [5], [6].

I.1.4. Caractéristiques générales des phosphates naturels

Les principales caractéristiques des phosphates naturels sont la nature et la taille dominantes de leur fraction phosphatée principale et de leur fraction phosphatée subordonnée éventuelle, la nature et les proportions relatives de l'exogangue et de l'endogangue.

D'autre part, les caractéristiques minéralogiques, pétrographiques et morphologiques de ces minerais, ainsi que la compréhension des règles de répartition des différents constituants à travers les gisements, sont des appuis très précieux dans ce domaine [5], [7].

I.1.4.1. Caractéristiques minéralogiques

Les phosphates naturels comportent une variabilité texturale et structurale liées à leurs origines. Ils comprennent plus de 200 espèces minéralogiques. Le phosphore se trouve combiné sous différentes espèces minéralogiques dont la plus répandue, est la fluorapatite carbonatée cristallisée dans le système hexagonal. Cette apatite se trouve plus ou moins substituée et/ou associée à de multiples composés minéraux et organiques qui forment la gangue [5].

✓ Les minéraux de la gangue

La gangue peut être soit extérieure aux grains phosphatés (éxogangue), soit incluse dans les grains (endogangue). La taille, la nature, et la quantité de la gangue influent fortement les propriétés de l'apatite phosphatée. Les minéraux les plus répandus sont:

- Les carbonates sous deux formes principales: la calcite CaCO_3 et la dolomite $(\text{Ca},\text{Mg}(\text{CO}_3)_2)$;
- Les minéraux siliceux sous différentes formes: quartz (SiO_2), l'opale ($\text{SiO}_2, n \text{H}_2\text{O}$), et divers silicates d'alumine de fer et de magnésium ;
- Les sulfates représentés par le gypse $\text{CaSO}_3, 2\text{H}_2\text{O}$ et l'anhydrite CaSO_4 ;
- Le fer sous forme oxyde (Fe_2O_3) ou hydroxyde ;
- La matière organique généralement en faible abondance 0.1% à 0.6% résultant de la transformation des restes d'organismes vivants et de débris organiques divers enfuis au moment de la sédimentation phosphatée. Il s'agit de bitumes, d'acides humiques, fulviques, aminés etc.

✓ Les apatites

Les apatites sont des composés qui appartiennent au système hexagonal et sont caractérisées par la formule générale $\text{Me}_5(\text{XO}_4)_3\text{Y}_2$, dans laquelle Me (métal bivalent) représente un ou plusieurs cations (Ca, Ba, Ln,...) ; XO_4 : PO_4 et/ou d'autres groupements anioniques (AsO_4 , MnO_4 ,...) ; Y (anion monovalent) : un ou plusieurs anions (OH, Cl, F,...).

Les apatites naturelles sont les produits d'un nombre considérable de substitutions .L'apatite la plus fréquente est la fluorapatite $(\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F})$ dans laquelle F peut être remplacé partiellement par OH ou par Cl pour former respectivement l'hydroxylapatite et la chlorapatite. Toutefois, la substitution la plus marquée dans les apatites est celle de PCl_4^{3-} par CCl_5^{2-} . L'introduction d'ions F- supplémentaires contribue à préserver la neutralité électrique du cristal.

D'autre part, une substitution fréquente dans les apatites concerne également les ions Ca^{2+} par Na^+ et Mg^{2+} . Lehr ont montré que cette substitution a une relation directe avec celle de PCl_4^{3-} par CO_3^{2-} [5].

I.1.4.2. Caractéristiques 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 μm phospharénites fines).
- Moyenne et hétérogène (300 à 50 μm phospharénites).
- Grossière et hétérogène (800 μm à 0,3 mm phospharénorudites) [6].

I.1.4.3. Caractéristiques morphologiques

Les fractions évoquées ci-dessous sont les plus fréquentes dans les exoganges 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'exogange est souvent riche en matière organique, surtout lorsqu'elle est argileuse [8].

✓ 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 [8].

- **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 [8].

- ✓ **L'exogangue**

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 [8].

I.1.5. Nature et composition des phosphates naturels

Divers constituants très variés tels que : argile, sable, silex, quartz ou calcaire sont associés au phosphate dans le gisement et lui confèrent son caractère physique de dureté ou de tendreté. Le phosphate de chaux est toujours présent sous forme cristallisée [8].

I.1.5.1. Phosphates macro-cristallins

Dans les roches ignées les cristaux sont visibles à l'oeil nu, ce sont des cristaux qui sont souvent appelés apatites.

I.1.5.2. Phosphates micro-cristallins

Dans quelques gisements sédimentaires l'examen microscopique permet de détecter des cristaux compris entre 20 et 100 microns.

I.1.5.3. Phosphates crypto-cristallins

Les cristaux ne sont pas visibles à l'oeil nu ou avec un microscope ordinaire dans la plupart des gisements sédimentaires. Pour pouvoir les détecter on doit faire appel à un microscope électronique [8].

I.1.6. Chimie des phosphates

Les minerais phosphatés sont définis d'après leur teneur en P_2O_5 ou en terme de pourcentage de phosphate tricalcique (TPL ou BPL) qui est vraiment le produit phosphaté de base ($1 \text{ TPL} = 2,185 * P_2O_5$).

Les études géochimiques effectuées sur une série de minerai de phosphate par différents auteurs ont mis en évidence l'association des éléments chimiques avec les phases minérales phosphatées telles que les argiles, les carbonates, les apatites et la silice. Les différents dosages des éléments constituant ces phases minéralogiques (P_2O_5 , MgO, CaO, SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , Na_2O , K_2O , etc.) et de la perte au feu ont permis de déterminer la répartition des éléments et leur liaison avec les phases minérales.

- Les éléments majeurs sont associés aux principales phases minéralogiques en présence (apatite, argiles, carbonates, silice). Les pertes au feu sont liées principalement aux argiles et aux carbonates ;
- Les éléments mineurs et traces sont associés aux seules phases argileuse et phosphatée [5].

I.1.7. Domaine d'utilisation des phosphates

Les phosphates ont des domaines d'applications multiples. Ils interviennent dans :

- L'agriculture qui est la plus grande consommatrice d'engrais phosphatés ;
- La biologie ;
- L'écologie et l'hydraulique ;
- l'industrie chimique (pesticide et détergente), pétrolière (lubrifiant), alimentaire et pharmaceutique [9].

I.1.8. Phosphate et l'environnement

Les phosphates naturels contiennent des cations métalliques qui peuvent être valorisés en tant que sous-produits (U, TR, V, Ti...) ou qu'il convient d'éliminer parce qu'ils constituent un danger pour l'environnement (U, Cd, Mo, Se, As...) par suite de l'utilisation des engrais phosphatés.

Au rythme actuel d'utilisation de ces engrais, surtout dans les pays industrialisés, il y a une accumulation du cadmium dans le sol.

Le phosphore est, avec le nitrate, un des grands responsables du phénomène de l'eutrophisation ; L'eutrophisation est le résultat généré par l'excès de phosphate dans le milieu aquatique. Un autre problème environnemental est que les terrils de phosphogypse découlant de la production industrielle d'engrais contiennent des éléments radioactifs. Pour cela des études de valorisation et de dépollution des phosphates ont été effectuées, dans le but de récupérer certains

éléments, tel que l'uranium, ou d'éliminer certains éléments toxiques ou nuisibles tels que le cadmium et les métaux lourds [1], [18].

I.1.9. Les gisements de phosphate dans le monde

Les pays les plus producteurs de phosphate dans le monde sont le Maroc, les Etats-Unis d'Amérique, la Russie et la Chine. Ils représentent plus de 80 % de la production mondiale. Exprimées en millions de tonnes (Mt) de minerai en place [5].

La figure présente les principaux gisements de phosphate dans le monde.

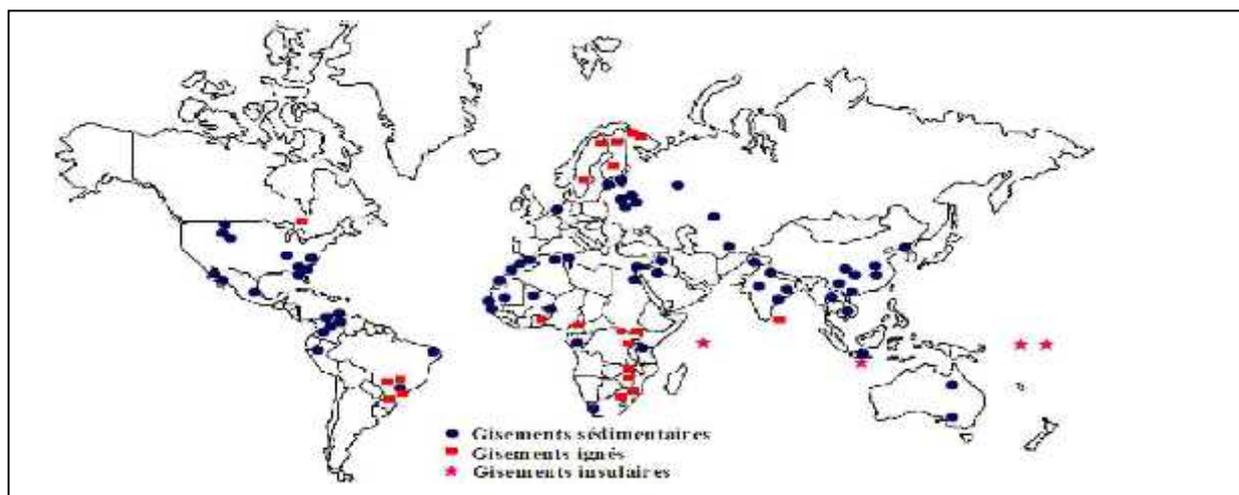


Figure 1 : Gisements potentiellement de phosphates dans le monde [10].

I.1.10. Le phosphate Algérien

Les gisements de phosphates en Algérie sont exploités depuis la fin du 19^{ème} siècle. C'est la mine de M'ZAITA près de Sétif qui fut la première ouverte en 1889. A Djebel Onk, situé à environ 100 km de Tébessa près de la frontière Tunisienne, la production annuelle est estimée à 2 millions tonnes. Il présente une capacité de réserves d'environ un demi-milliard de tonnes titrant 53 à 61 % en phosphate tricalcique (TPL). Le phosphate de ce gisement fera l'objet de cette étude [6].

I.2. Aperçu sur la mine de Djebel Onk

I.2.1. Historique

- ❖ 1894 : Exploitation du gisement du Kouif situé au Nord de la Wilaya de Tébessa par la compagnie de phosphate de Constantine (CPC), (Alors principal producteur de phosphate en Algérie).

- ❖ 1930 Amodiation du gisement du Djebel-Onk à la CPC.
- ❖ 1930 Création de la Société du Djebel-Onk.
- ❖ 1936 Découverte de phosphate aux affleurements de Djebel Onk dans la région de Bir El-Ater, Tébessa.
- ❖ 1955 Début de la réalisation du raccordement de chemin de fer de Tébessa –Djebel-Onk.
- ❖ 1961 Installation de la Société du Djebel-Onk
- ❖ 1965 Mise en activité de la carrière de phosphate de Djemi Djema.
- ❖ 1973 Absorption de la Société du Djebel-Onk par la SONAREM.
- ❖ 1983 Restructuration de la SONAREM et transfert de l'ensemble de ses activités de fer et de phosphate à FERPHOS.
- ❖ 2003 Ouverture d'une nouvelle mine (Kef Essennoun) [11].

I.2.2. La Géologie De Djebel Onk

La région de Djebel Onk est située au Sud – Est de l'Algérie, à 100 km de la Wilaya de Tébessa et à 20 km de la frontière Algéro – Tunisienne, sur la route qui relie Tébessa à El Oued (Figure 2). 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 Nemémcha qui prolonge vers l'Est le massif des Aurès. Les altitudes les plus basses au pied du Djebel Onk sont d'environ 635m [7], [11], [12].

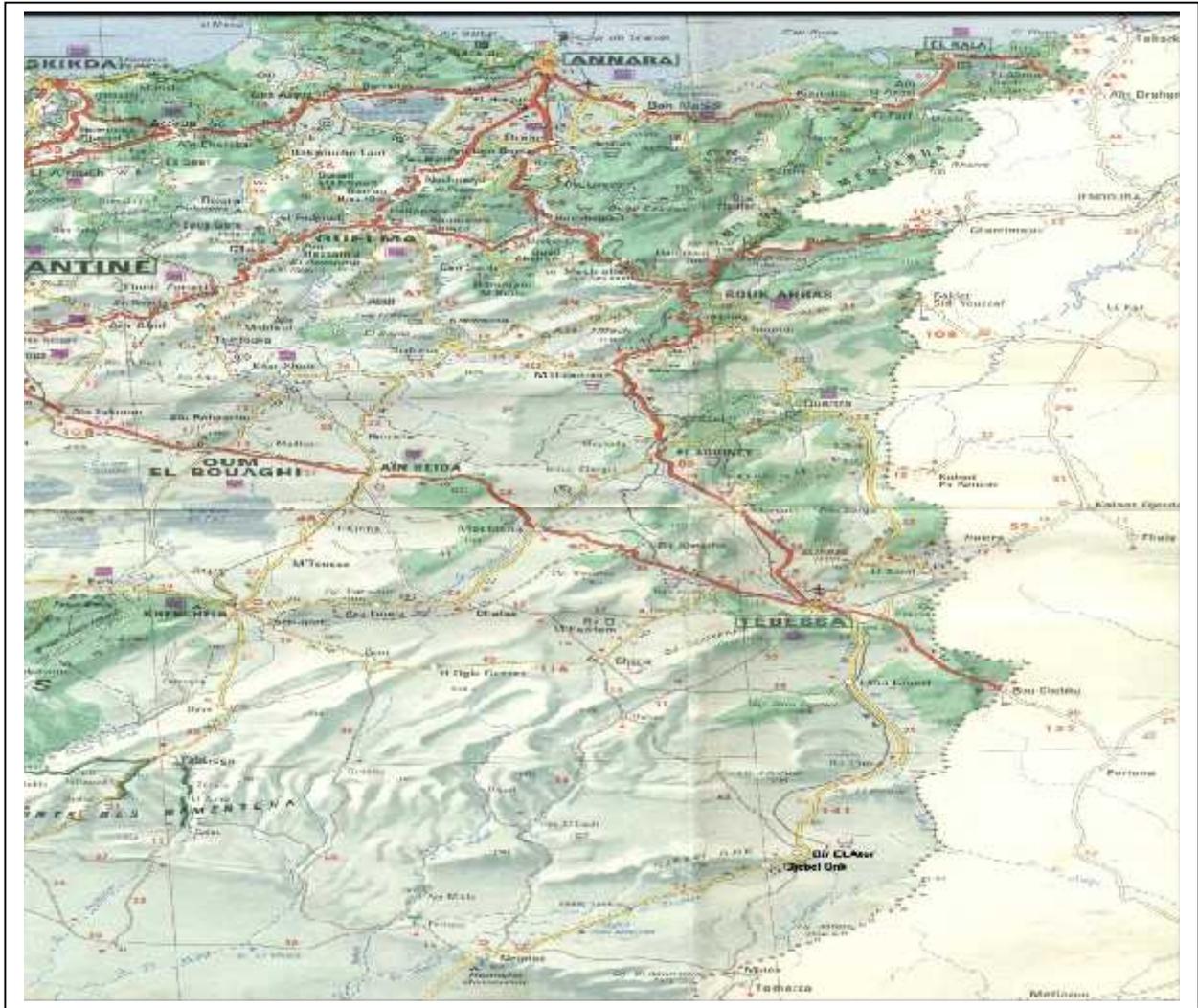


Figure 2 : Carte géographique de la région de Djebel Onk [5].

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

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

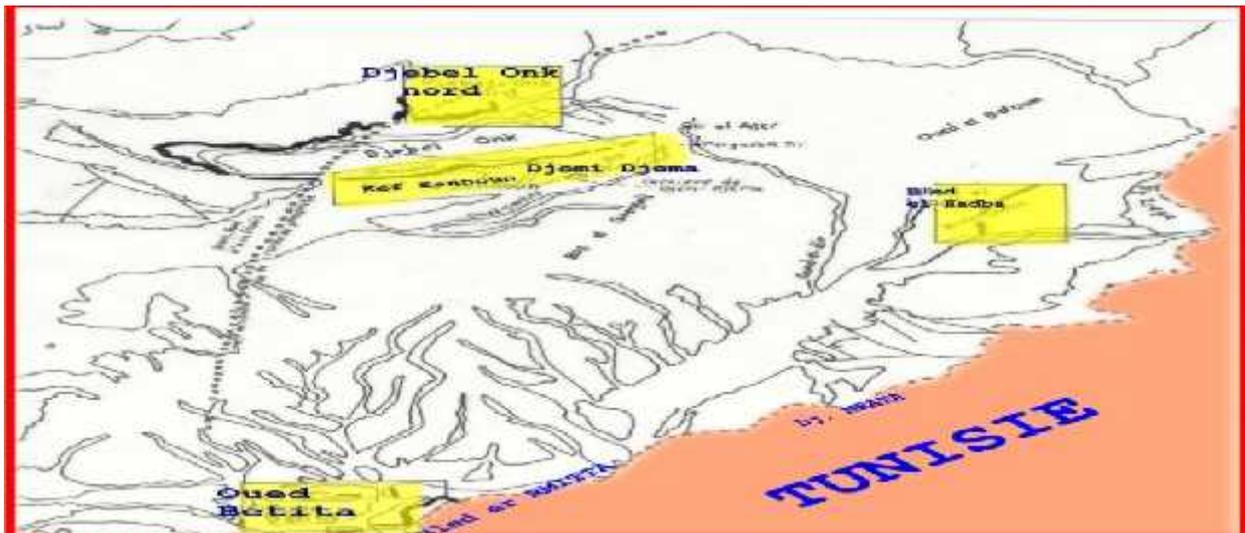


Figure 3 : Carte de situation géographique et géologique des gisements de Djebel Onk [10].

I.2.3. Caractéristiques du gisement :

Le gisement de Djebel Onk se caractérise par le fait que :

- La couche de phosphate stratiforme affleure à plusieurs endroits.
- Le pendage des couches monoclinales est faible en moyenne.
- Le taux de découverte est assez faible, permettant d'exploiter un maximum de tonnage avant de passer à d'autres types d'exploitation.
- Accès à la zone de travail facile.
- Minerai généralement assez riche.
- Continuité de la couche sans interruption dans les deux directions (horizontale et verticale).
- Absence d'accident majeurs pouvant nuire l'exploitation [1].

I.2.4. Présentation des phosphates de Kef Essenoun

Le gisement de phosphate de Kef Essenoun est un important gisement relativement bien connu géologiquement. Sa mise en exploitation était en juillet 2003 sa proximité vis à vis des installations de traitement actuelles, la qualité de son minerai, ses réserves en catégories industrielles et ces paramètres techniques d'ouverture, lui confèrent un caractère prioritaire et stratégique quant à l'exploitation et le traitement de son produit.

Le gisement de Kef Essenoun se distingue des autres gisements de Djebel Onk, par certaines caractéristiques géominières qui lui sont propres (B.R.G.M. 1993)

- La présence d'un volume important de sable.

- L'importance de la production annuelle ciblée.
- La bonne qualité du minerai (27 % P_2O_5 , 3 % MgO).
- L'investissement important pour l'ouverture et la récupération des réserves [13].

I.2.4.1. Situation géographique

Le gisement de Kef Essenoun est situé à environ 02 Km à l'Ouest du gisement de Djemi Djema. Il s'étend sur une longueur de 2,7 Km et une largeur de 0.8 Km, ce qui correspond à une superficie de 2,1 km² [13].

La géologie des terrains de KEF ESSENOUN est relativement simple, les phosphates de même couche, les couches encaissantes plongent doucement, monoclinalement selon l'inclinaison du relief, vers le sud, le pendage des couches est de 10 à 12 degrés.

La profondeur des phosphates varie de 0 à plus de 190 m dans la partie sud du gisement. Une importante partie du nord du gisement se trouve à une profondeur relativement faible, moins de 60 m.

I.2.4.2. Aperçu hydrogéologique

• Climatologie

D'après l'analyse hydrogéologique de la région de Djebel Onk et en particulier la zone d'activité Kef Essenoun, l'observation des données hydrométriques, sur une période de 22 ans (1986-2008). Nous indiquons que la région de Kef Essenoun est Caractérisée par un climat Subaride à aride avec un hiver froid et un été chaud et sec. La période de sécheresse s'étale sur toute l'année.

• Température

Sur une moyenne de 5 années, les températures ont la même évolution, en hiver elles fluctuent autour de 7 C°. La température augmente progressivement à partir du mois de Mai, jusqu'à atteindre des niveaux très hauts (45C°) en été, et diminue progressivement en automne.

• Pluviométrie

La pluviométrie moyenne annuelle est de l'ordre de 88 mm, L'évapotranspiration est de l'ordre de 87 mm ce qui représente 100 % des précipitations.

Les précipitations durant le mois d'été sont extrêmement rares. Les périodes sans pluies pendant plus d'un mois sont fréquentes. Les périodes pluvieuses varient entre 66 et 107 jours / an, Les orages sont importants et fréquents particulièrement durant le mois d'Août et de Septembre. La neige et le gel sont rares, mais la température descend souvent en dessous de 0 C° en hiver.

I.3. Condition minière d'exploitation du minerai de phosphate de Djbel Onk

A Djebel Onk le gisement de Kef Essennoun constitue le gîte principal actuellement exploité à ciel ouvert.

I.3.1. Définition de la méthode d'exploitation

La méthode d'exploitation est une succession de réalisation des travaux d'enlèvement de stériles et de minerai dans un ordre bien déterminé.

I.3.2.Travaux d'exploitation

Les travaux d'exploitation sont comme suite :

- **Terrassement**

Il s'agit de creuser et de décaper les matériaux en vue de réaliser les travaux de découverte, et ouverture de piste.

- **Forage et tir**

La foration primaire est assurés par 4 sondeuses sur pneus de type Atlas Coopco.

La foration secondaire est assurée par un Crawlair pour le débitage secondaire des blocs hors gabarit.

Le tir consiste à détacher des massifs rocheux à l'aide d'explosif dans des conditions préalablement définies dans le cadre d'un schéma de tir.

- **Chargement et transport**

Au niveau de la carrière de Kef Essennoun, le chargement du minerai abattu se fait à l'aide de 4 chargeuses pneumatiques. La capacité du godet est de 6 m³ avec un rendement horaire de 400 t/h en moyenne.

I.3.3. Enrichissement du minerai de Djebel El Onk

Pour des raisons techniques et économiques, le minerai extrait du gisement n'est pratiquement jamais commercialisable directement. Il doit subir une certaine transformation, qui consiste à purifier le minerai par élimination de la gangue.

Le minerai tout venant de la carrière doit passer par la préparation mécanique, qui alimente les deux voies de traitement (sèche et humide).

I.3.3.1. Préparation mécanique

Ce secteur consiste trois opérations essentielles (concassage broyage et criblage) dans le but est de libérer la substance utile de la gangue et de réduire les dimensions des blocs de $D_{max}=1200$ mm jusqu'à 20 mm.

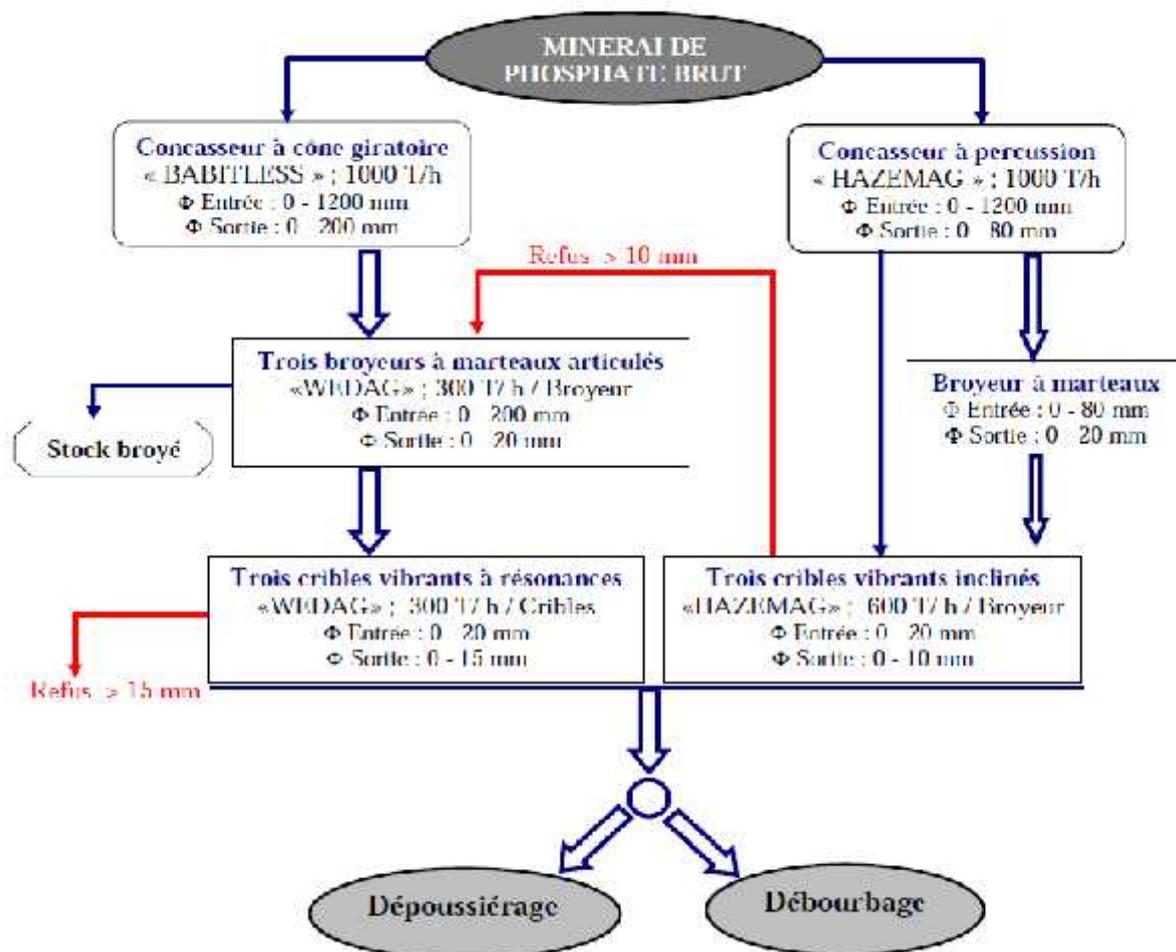


Figure 4 : Schéma technologique de préparation mécanique [3].

I.3.3.2. Traitement par voie humide

- **Débouillage**

Le débouillage consiste à la mise en pulpe du produit criblé, pour ensuite alimenter un stade de criblage en humide afin d'éliminer les matières siliceuses et argileuses supérieures à 1mm [3].

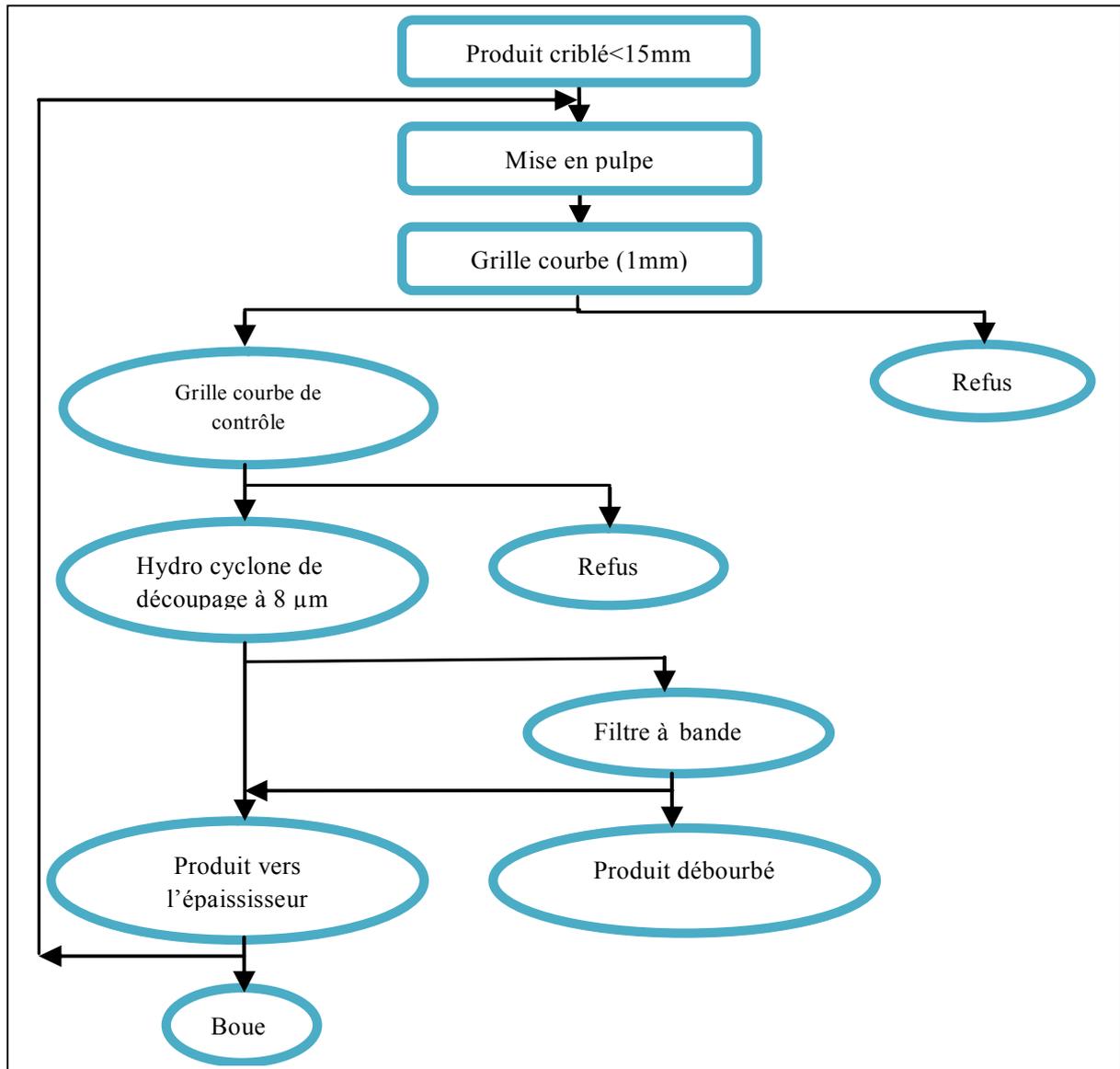


Figure 5 : Schéma de débouillage.

- **Lavage**

Le but de l'opération de lavage est d'augmenter la teneur du produit marchand, on lave le produit pour diminuer le pourcentage des matières argileuses.

- Séchage

Le but de cette opération est réduire la teneur en eau dans le produit phosphaté lavé. Ce dernier subies un séchage dans un four sécheur rotatif réglé à une température de 105°C.

I.3.3.3. traitement par voie sèche

Le but du procédé est d’avoir une coupure riche en phosphate par traitement à sec du produit provenant de l'atelier de préparation mécanique. Le schéma ci-dessus montre le procédé de dépoussiérage.



Figure 8 : Schéma de dépoussiérage.

Conclusion

Cette étude bibliographique réalisée dans ce chapitre nous a permis d'apporter d'une part, une vue sur le phosphate naturel, leur caractéristiques générales, leur utilisation, etc. D'autre part, une vue sur les méthodes d'exploitation et de traitement utilisées dans la mine de Djbel Onk.

Introduction

L'industrie de la préparation des minerais qui avant tout est destinée à l'enrichissement des minéraux utiles est un ensemble des procédés du traitement mécanique des minerais, augmentant la teneur en composant utile par la séparation de minéraux utiles et inutiles ou les améliorant [16].

II.1. Technologie de la fragmentation

II.1.1. Définition

La fragmentation mécanique des solides peut se définir comme l'ensemble des opérations (concassage, broyage, etc.) ayant pour but de réaliser, grâce à l'application des contraintes mécaniques externes soit :

- la division d'une masse en fragmentation de dimension maximale déterminée
- la réduction d'un solide déjà fragmenté en éléments de plus petit volume

Considérons un corps solide de dimension moyenne quelconque soumise à une force extérieure de module supérieur à sa résistance à la fragmentation. Il y a donc écrasement de ce corps par rupture de sa forme de liaison interne, entraînant la formation d'autres nouveaux corps solide de forme réduite.

Une force extérieure, force intérieure de cohésion, résistance à la fragmentation s'appliquent sur le solide afin de le fractionner en morceaux plus petits [1], [10].

II.1.2. Objectif du processus de fragmentation

Les finalités de ce processus sont diverses, l'essentiel c'est d'atteindre les plus importantes :

- Réduire la taille des particules solide pour faciliter la manutention, le conditionnement et l'utilisation.
- Homogénéisation de la matière.
- Avoir une texture spécifique (la forme, la distribution granulométrique) [1], [20].

II.1.3. Choix d'une technologie de fragmentation

- Les contraintes dimensionnelles des produits (augmentation ou diminution des dimensions).
- La finesse, la dureté et l'humidité du produit.
- La production horaire.
- La pollution du produit.
- La maintenance de l'équipement.
- Les fonctions requises.
- Les contrôles de l'opération.
- Les coûts d'investissement [17], [20].

II.1.4. Appareils de la fragmentation mécanique

Ils peuvent se classer en :

- Concasseurs : opérant une fragmentation grossière.
- Graduateurs : opérant une réduction des morceaux.
- Broyeurs: opérant une fragmentation fine.
- Pulvérisateurs ou moulin : opérant une réduction en poudre.
- Atomiseurs : pouvant donner des calibres descendant jusqu'à l'ordre de μm [10].

II.1.5. La granularité et la broyabilité

- **La granularité**

La granularité est une notion qui englobe la forme et la dimension des particules. La forme des particules est un paramètre important qui conditionne souvent l'utilisation finale des produits obtenus [19].

- **La broyabilité**

La broyabilité d'un matériau peut être définie comme la réaction de ce matériau à l'opération de broyage, conditionnée par les caractéristiques de l'installation de broyage.

L'analyse de cette propriété peut s'effectuer de façon qualitative ou de façon quantitative :

- L'aspect qualitatif de l'aptitude au broyage se traduit par un classement des produits selon leur dureté, la dimension des grains, l'abrasivité, l'adhésivité [19].
- L'aspect quantitatif permet d'affecter au produit un indice obtenu après expérimentation, et de le classer par rapport à d'autres échantillons. On rencontre deux types d'indice:
 - l'indice de Bond : il correspond au travail nécessaire pour réduire des particules de dimension moyenne.
 - -l'indice ASTM d'Hardgrove: cet indice résulte de la mesure de quantité de produit inférieur à 75 microns d'un matériau de granulométrie définie, soumis au broyage dans un appareil standard de laboratoire suivant une procédure bien établie.
 - Indice de Papadacis.
 - Indice d'abrasion [19].

II.1.6. Lois énergétiques

Trois principales théories ont été émises pour décrire la relation liant l'énergie consommée E par le matériau et la réduction de la dimension D de ce matériau lors de la fragmentation [17].

- Loi de Rittinger.
- Loi de Kick.
- Loi de Bond.

II.1.7. Fragmentation fine –Broyage

Le broyage est la dernière étape du processus de comminution (fragmentation) consiste à exploiter les vides dans les roches concassées c'est-à-dire libérer le minéral de la gangue. Il est accompli par un mécanisme combiné d'abrasion, d'attrition et d'impact soit en milieu sec ou humide (pulpe). Les particules sont réduites d'une dimension entre de micromètre dans des tambours cylindriques d'acier appelés [21].

II.1.7.1. Objectif et but de broyage

Le broyage soit primaire ou secondaire, vise en premier lieu à libérer les minéraux de valeur de leur gangue. Pour que la séparation de ces derniers devient techniquement et économiquement faisable. Cette technologie vise aussi à créer de nouvelles surfaces pour l'adsorption des réactifs chimiques utilisés lors de séparation par flottation. L'augmentation de la surface spécifique des particules est aussi attendue par ces procédés [6].

II.1.7.2. Paramètres du broyage

Tout broyage dépend de certains paramètres assurant le bon fonctionnement du processus, ces derniers se répartissent en deux, des paramètres de conception sur lesquels on ne peut intervenir, et des paramètres de fonctionnement réglable et modifiable selon le besoin industriel [21].

• Paramètres de conception

Les paramètres de conception influencent sur l'achat de l'équipement ou le mode de fonctionnement, ils ne peuvent être changés, ils dépendent de la fabrication et sont très généralement fixes durant la durée de vie de la machine. Ces paramètres sont les suivants :

- ✓ Le corps broyeur.
- ✓ Le revêtement du broyeur.
- ✓ Le diamètre du broyeur.
- ✓ La longueur du broyeur.
- ✓ Le circuit utilisé et le mode de décharge des produits.
- ✓ La vitesse de rotation du broyeur [21].

• Paramètres de fonctionnement

Paramètres de fonctionnement dépendent de la vitesse de rotation du broyeur et le volume relative de la charge [21].

II.1.7.3. Types de broyage

a. Broyage sec

Il est surtout utilisé depuis plus de 70 ans. Un broyage qui diminue les frais de séchage des produits broyés, quand la roche doit être séchée ou calcinée avant d'être transportée. Toutefois, un séchage est indispensable pour amener le taux d'humidité à environ 2% [21].

b. Broyage humide

Les broyeurs opèrent sur des pulpes minérales et remplacent les concasseurs secondaires et les broyeurs à barres dans des installations de minerais non ferreux en effectuant une réduction de taille avec une production d'un minimum de fines afin de faciliter les traitements ultérieurs [21].

II.1.7.4. Types des broyeurs

Pour la fragmentation fine, les principaux appareils sont les suivants :

a. Broyeurs à corps broyant libres

Ce sont des appareils cylindriques ou cylindro-coniques tournant, ils peuvent être des boulets des barres ou des galets. Le volume occupé par le corps broyant et la matière à broyer peut atteindre la moitié du volume inter blindage du broyeur. Les corps broyant sont en acier, en fonte, en silex ou en céramique [22].

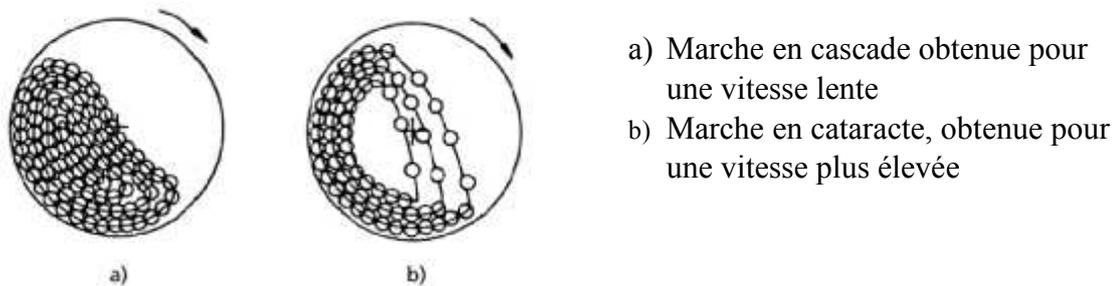


Figure 7: Types de mouvement des corps broyant [1]

- **Broyeurs a boulets** : Les broyeurs a boulets utilisent comme corps broyant des boulets en acier et qui constituent 40% du volume du broyeur [1]. Ils sont surtout utilises pour le broyage fin. Ces broyeurs sont surtout utilisés dans l'industrie du ciment.

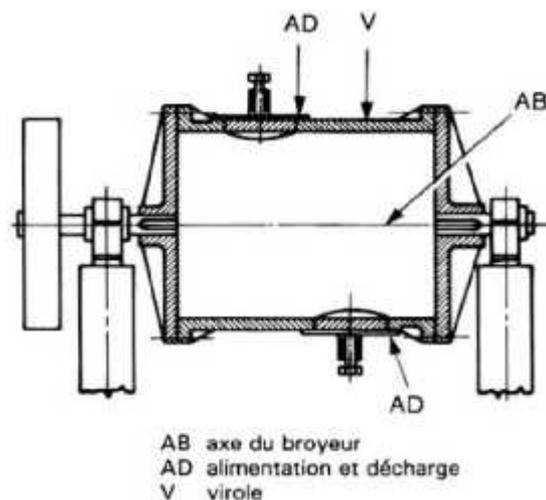


Figure 8: Broyeur à boulet [1].

- **Broyeurs a barres** : Les broyeurs a barres, comme leur nom l'indique, utilisent des barres en acier comme corps broyant pour broyer les particules rocheuses. Ils peuvent être utilises pour le broyage grossier ou le broyage fin [1].

• **Broyeurs à galets :**

Ce sont des tambours qui utilisent pour corps broyants des galets de roche, de silex, de gravier ou de céramique, triés par un classement dans une fourchette granulométrique bien déterminée. Lorsque les galets sont issus du minerai lui-même, on retrouve les broyeurs semi-autogènes secondaires. Les broyeurs à galets s'apparentent donc à la fois à des broyeurs à boulets et à des broyeurs semi-autogènes [22].

• **Broyeurs autogènes et semi autogènes :**

Les broyeurs autogènes utilisent comme corps broyant le minerai lui-même. Ils fonctionnent à sec ou humide.

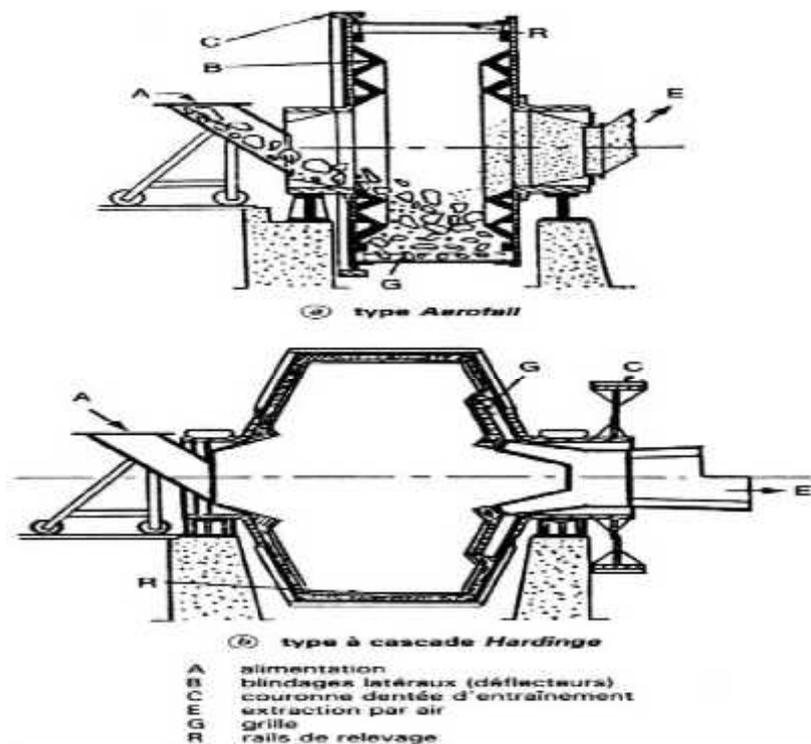


Figure 9: Broyeur autogène [1].

• **Tubes vibrants**

Il s'agit de deux tubes horizontaux montés sur un support non rigide, vibrent à une fréquence de l'ordre de 1 500 à 1 800 tr/min à l'aide d'un mécanisme excentrique. La matière entre à l'extrémité supérieure d'un tube et ressort à l'extrémité inférieure. On arrive à broyer jusqu'à 5 t/h.

b. Broyeurs sans corps broyant libres

Ces broyeurs sont tous conçus pour fonctionner à sec. Les principaux broyeurs sans corps broyants libres sont :

- **Broyeurs à cylindres**

Les cylindres peuvent être lisses ou striés de fines cannelures et tournent presque l'un au contact de l'autre à des vitesses différentielles ou synchrones. Dans certains appareils où les surfaces doivent être soigneusement polies, une rectifieuse automatique montée sur le broyeur permet de maintenir l'état de surface des cylindres. Le réglage de l'écartement des cylindres se fait par un système de coins ou par vis micrométrique.

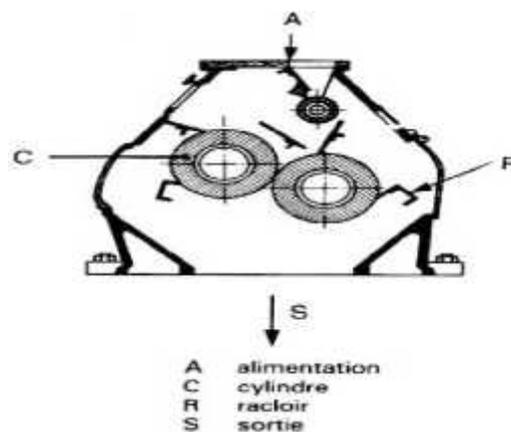


Figure 10: Broyeur à cylindre [1].

- **Broyeurs à percussion**

Ce sont des broyeurs à percuteurs rigides ou articulés. Ces appareils sont issus des concasseurs à percussion il est possible d'atteindre, respectivement, des finesses de 5 à 50 μm (broyage ultrafin) et de 100 à 150 μm .

- **Broyeurs à meules ou à rouleaux**

Ils opèrent par écrasement de la matière entre un ou plusieurs rouleaux et une piste circulaire. La pression de broyage est obtenue soit par gravité, ce qui nécessite l'emploi de meules très lourdes, soit par la force centrifuge de rouleaux tournant dans une piste fixe à parois verticales ou fortement inclinées, soit encore par des systèmes de ressorts ou de vérins. L'ensemble meules-piste peut être soit en métal, soit en granite.

II.2. Généralités sur la libération des minéraux

La comminution ou la fragmentation, consiste en réduction de la taille des blocs de minerai à l'aide de concasseurs et de broyeurs. L'efficacité de la comminution augmente de beaucoup lorsqu'on intercale entre les concasseurs et les broyeurs des appareils de classement (Tamis et classification). L'ensemble de tous ces appareillages et des équipements de manutention et d'entreposage s'appelle un circuit de comminution [22].

Rappelons que le but d'une comminution est de réaliser la libération des particules. Les particules sont libérées quand elles ont seule composition chimique, chaque particule libérée est donc constituée d'un unique minéral. Bien qu'une libération complète ne soit pas exigée ni recherchée et qu'elle soit impossible à réaliser en pratique, une bonne libération est essentielle pour une concentration efficace et satisfaisante [22].

Une particule non libérée s'appelle une particule mixte, ou une mixte ; elle comprend plusieurs minéraux soudés ensemble. La figure 13 illustre des ensembles de particules libérées et non libérées. Il ressort de l'analyse de cette figure que les mixtes constituées de plusieurs minéraux de gangue ne sont pas nuisibles au procédé ; elles ne sont donc pas des mixtes au sens strict. Les vraies mixtes ou celles qui ont de l'importance pour le procédé sont celles qui sont constituées soit d'un assemblage soudé d'un minéral utile et d'un minéral de gangue, soit de deux ou plusieurs minéraux utiles qu'il faut séparer les uns des autres [22].

Libérer un minerai ou les particules d'un minerai se dit des opérations de comminution et de classement nécessaire pour obtenir un minerai libéré. Il est plus ou moins facile de libérer un minerai. C'est la texture, et particulièrement le mode d'assemblage des grains, qui détermine la facilité d'effectuer cette opération. Si le lien entre les grains est plus faible que le lien chimique entre les molécules des grains, on peut libérer un minerai par détachement, c'est-à-dire que, au cours de la comminution, les fractures se produisent entre les grains. Il est relativement facile de réduire un minerai pour satisfaire sa libération par détachement. Ce mode de libération est plutôt rare ; il est caractéristique des gisements de type sédimentaire [20]

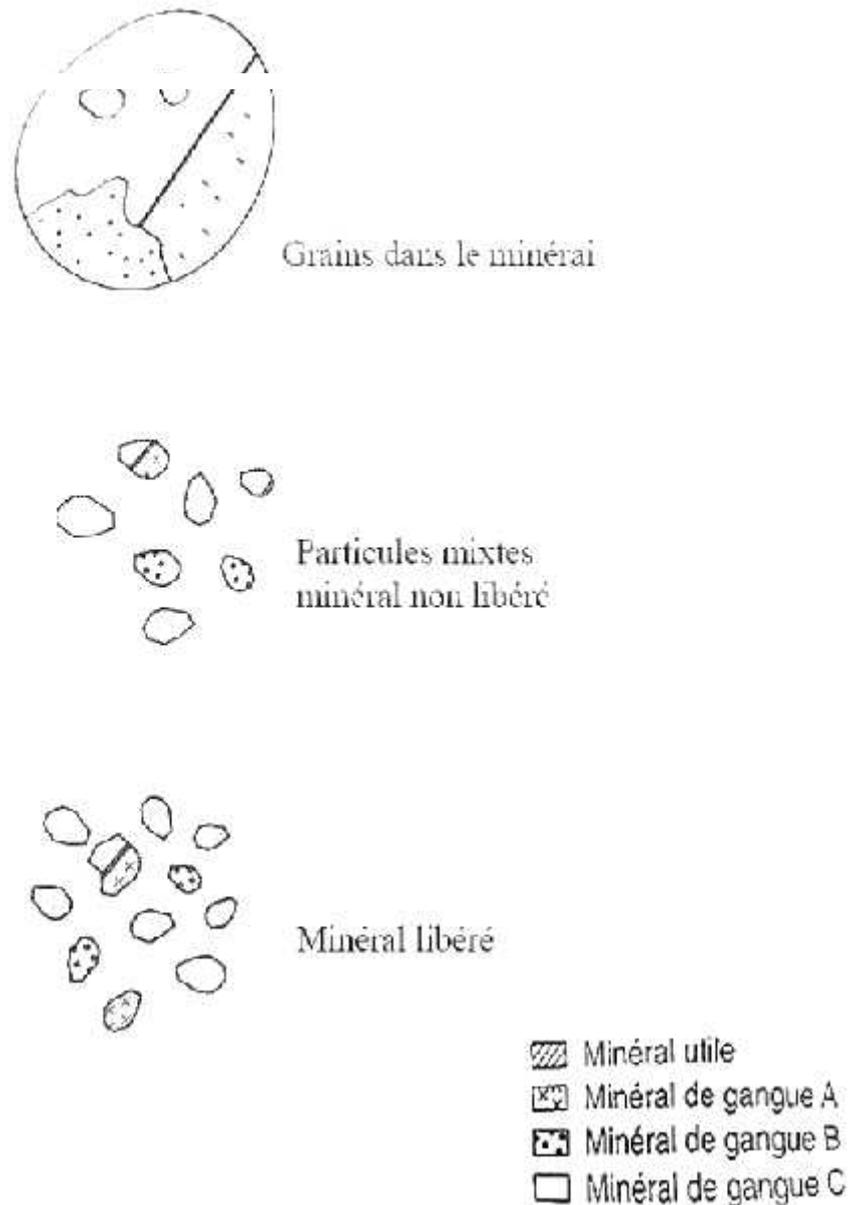


Figure 11: Etapes de libération d'un minéral [20].

Par contre, la plupart du temps, le lien entre les grains est aussi fort que celui entre les molécules des grains, dans ces cas, pendant la comminution, les fractures se produisent au hasard, autant à travers les grains qu'entre ceux-ci. La libération est atteinte par suite d'un fractionnement répété et ce, jusqu'à une dimension de particules de beaucoup inférieure à la dimension des grains, contrairement à l'autre mode de libération. Par exemple, pour des particules d'un diamètre deux fois plus petit que celui des grains, le degré de libération est d'environ 10%. Il ressort de ces remarques qu'il est très coûteux de libérer la majorité des minerais.

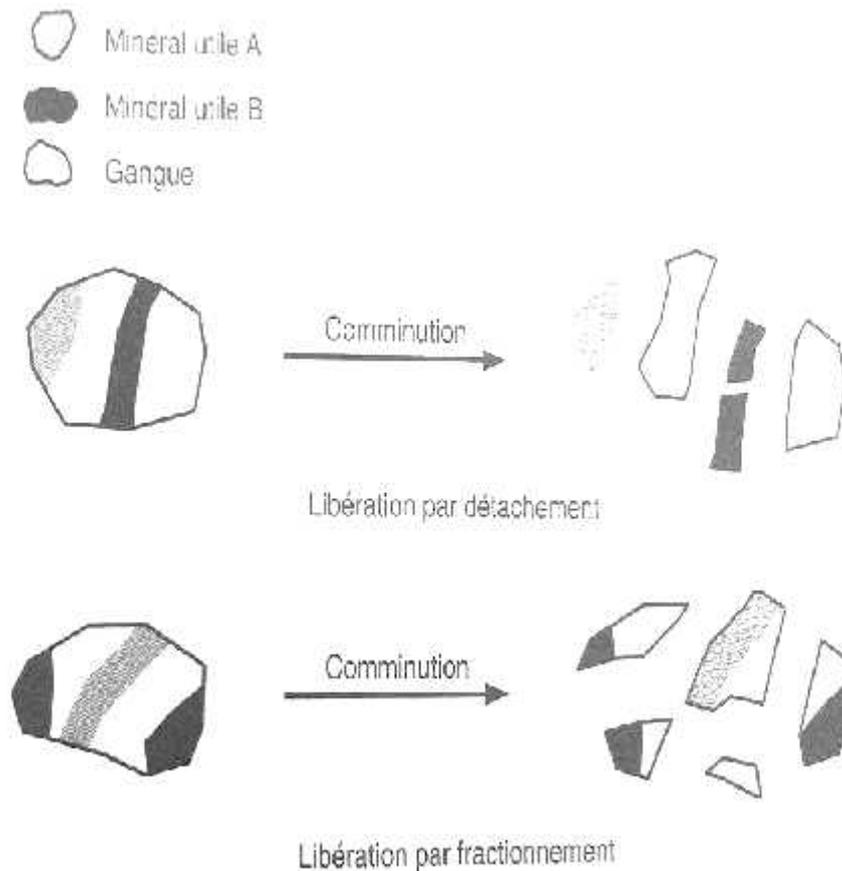


Figure 12: Illustration des deux modes de libération

A un moment donné, l'ensemble des particules produites par concassage et broyage est un mélange de particules libérées et de mixtes. La décision d'accroître alors la comminution repose sur un bon nombre de critères. Parmi ceux-ci, il y a la solidité des mixtes, c'est-à-dire leur inaptitude à la libération ; la sorte de mixtes joue donc un rôle sur ce plan. À l'analyse de sections polies des particules, on peut définir la sorte de mixtes par comparaison avec des catégories étalons pour qu'il soit possible d'évaluer la faisabilité d'une comminution plus poussée [22].

II.3. Effet des méthodes de la fragmentation sur la libération des minéraux utiles

Le broyage est une étape essentielle dans le processus de fabrication industrielle. Cependant les processus de fragmentation induisent des modifications qui concernent :

- La texture et la morphologie.
- La chimie de surface.
- La charge électrique superficielle [19].

❖ Etude des caractéristiques des matériaux et leur comportement lors de la fragmentation

D'après de nombreux auteurs, l'opération du broyage ne se fait pas sans modifier certaines propriétés physicochimiques du matériau [23].

• L'évolution de la Surface spécifique

La surface spécifique est une des caractéristiques les plus importantes des sols et des sédiments et spécialement des poudres.

Par définition, la surface spécifique (S_s) appelée aussi « Aire massique » représente la surface totale (A_s) par unité de masse (M) et on l'exprime généralement en m^2/g :

$$S_s = \frac{A_s}{M} \text{ [m}^2/\text{g]}$$

Il y a une grande importance sur l'évolution de la surface spécifique. D'une manière générale on remarque que la surface tend le plus souvent vers un maximum.

L'évolution de la surface spécifique que l'on peut obtenir par un procédé de broyage est déterminée par :

- a. Le mode de contrainte subi par les particules et les fragments résultant de ces particules (par impact ou compression et cisaillement)
- b. Le nombre d'évènements de contraintes subis par les particules de la suspension, connu sous le nom de "Stress Number" SN
- c. L'intensité de contrainte à chaque évènement de contrainte, aussi dénommé "Stress Intensity" SI [23].

• Texture et morphologie :

La structure réelle des matériaux est un facteur important pour leurs réactivités. L'effet du comminution peut se mesurer, par l'évolution de cette structure réelle, par rapport à la structure du solide parfait. Les imperfections induites par comminution sont nombreuses [19]. Pour les réunir HEINICKE utilise une classification géométrique. Elles peuvent se présenter :

- 1- Imperfections non dimensionnelles. Ce sont les défauts ponctuels de type WAGNER, pour les solides non stoechiométriques et FRENKEL ou SCHOTTKY pour les solides stoechiométriques.

2 - Imperfections unidimensionnelles correspondant essentiellement à des dislocations.

3 - Imperfections bidimensionnelles. La surface des solides et les joints de grains sont considérés comme les défauts à deux dimensions les plus importants.

4 - Imperfections tridimensionnelles. Dans cette subdivision, il est possible de réunir des imperfections cristallines très différentes telles que :

a. L'amorphisation, qui se traduit au niveau des nouvelles surfaces du solide, par un arrangement spatial, non périodique, de la maille élémentaire.

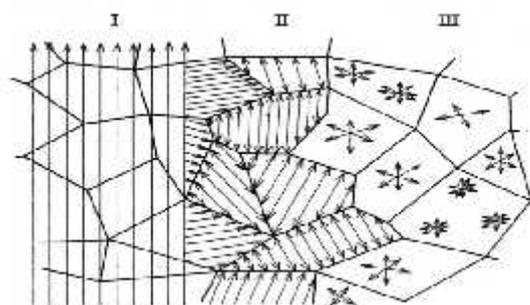
b. La taille des cristallites. Celles-ci sont des monodomaines dans lesquels, la périodicité du réseau est conservée. L'ensemble de ces cristallites, désorientées les unes par rapport aux autres, forme un grain.

c. Les contraintes. Les défauts structuraux entraînent des distorsions, qui provoquent des contraintes dans leur entourage. Ces contraintes internes peuvent être séparées en trois ordres :

➤ Les contraintes du premier ordre, figure 13.I, s'étendent de façon homogène sur un ensemble de cristallites. Elles provoquent une déformation élastique macroscopique du réseau, qui se manifeste par une variation de la distance interréticulaire, et un déplacement du pic de diffraction des rayons X.

➤ Les contraintes du second ordre ne sont homogènes que pour chaque monodomaine, figure 13.II. Elles provoquent également une variation de la distance interréticulaire, mais autour d'une position moyenne, et donc ne jouent pas un rôle sur la position du pic de diffraction des rayons X, mais sur sa largeur. Elles servent à définir les microdistorsions d'un solide.

➤ Les contraintes du troisième ordre ne sont pas homogènes. Elles n'ont une influence que sur quelques distances interatomiques et sont provoquées par les impuretés, figure 13.III [23].



- **La densité** **Figure 13:** Schématisation des types de contrainte

Comme pour la surface spécifique, le broyage prolongé peut se traduire par une diminution de la densité.

Alors, la densité se change selon le type des particules [23].

- **Caractéristique Rhéologique**

L'aspect rhéologique joue un rôle fondamental dans le broyage, à l'aide d'un rhéomètre, nous pouvons d'examiner l'effet de fragmentation sur les caractéristiques rhéologiques des solides [23].

- **Mécanisme des réactions mécano-chimiques**

Les réactions mécano-chimiques sont régies par un ensemble de phénomènes d'origine physique, dû au contact des solides entre eux :

- Libération de chaleur
- Apparition de hautes pressions
- Production de charges électriques
- Triboémission : c'est une émission d'électrons ou de particules chargées qui est provoquée lors du broyage ou après celui-ci par activation chimique.

- Triboluminescence : ce terme regroupe tous les phénomènes lumineux produits lors de la friction, la fracture ou la compression des matériaux par broyage, sans intervention d'un champ électrique ou de rayonnements extérieurs [19].

- **Modification des pics de diffraction des rayons X**

La diminution de l'intensité des pics de diffraction et l'étalement des pics à leur base lors de procédés de broyage dans des broyeurs à billes ont été rapportés par plusieurs auteurs, En effet, lors d'une opération de broyage intensive, il peut se produire un désordre dans l'organisation du réseau cristallin des matériaux. Ces modifications se traduisent sur les spectres de diffraction RX par une diminution de l'intensité et un élargissement des pics de diffraction

dus à la fois à la diminution de la taille des cristallites et à l'altération du réseau cristallin. La diminution de la hauteur des pics et l'augmentation de leur largeur en fonction du degré de broyage varie d'une espèce à l'autre et selon le plan considéré [23].

Conclusion

Le broyage est la dernière étape de la fragmentation. Son but essentiel est de diviser des solides, réduire la granulométrie des produits étudiés, libérer les minéraux utiles de leur gangue et créer des nouvelles surfaces. Cette opération peut modifier certaines propriétés physico-chimiques du matériau.

Introduction

On aborde ce chapitre pour l'explication des différentes méthodes utilisées: analyses granulométriques, chimiques et minéralogiques du minerai du phosphate beige de Kef Essennoun 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 des matériaux à notre université, on a effectué l'échantillonnage du produit aux niveaux de la mine, suivi des analyses granulométriques qui comprend l'homogénéisation, quartage, concassage, broyage et tamisage, pour ensuite ramener les fractions de chaque échantillon obtenus à l'aide d'une série de tamis dirigée vers les analyses chimiques et minéralogiques.

III.1. Préparation et traitement du minerai

Avant de procéder une analyse quelconque d'un échantillon solide nous lui faisons un traitement mécanique qui est la phase la plus délicate pour préparer un échantillon représentatif (voire annexe 1)

III.1.1. L'échantillonnage

L'échantillonnage est le prélèvement d'une portion de substance, de matériau ou de produit pour fournir un échantillon représentatif de l'ensemble pour les besoins de l'analyse. Une méthode d'échantillonnage bien précise est utilisée au niveau de l'usine de traitement de Djebel Onk pour avoir une meilleure homogénéisation. Cette méthode s'effectue à la sortie du broyeur (<20 mm) qui à la forme d'une cascade, elle consiste à prendre une prise de pelle chaque 15 minute pendant trois à quatre heures. Cette échantillon subi un concassage à 2 mm.

A la suite, un partage s'effectue à l'aide d'un diviseur sur cet échantillon pour la déférente étude.



Figure 14: Diviseur à couloir.

III.1.2. Préparation mécanique (analyse granulométrique)

III.1.2.1. Concassage

Le concassage est un traitement mécanique qui sert à réduire les grains de la matière première à un diamètre inférieur.

La matière première est sous forme de pierre irrégulière. On la passe à travers un tamis de 2 mm, puis on concasse le refus manuellement à l'aide d'un marteau jusqu'à une dimension < 2 mm.



Figure 15: Mortier et pilon.

III.1.2.2. Homogénéisation

L'homogénéisation et quartage sont des opérations indispensables pour avoir un bon mélange et une meilleure représentativité de l'échantillon pour une bonne répartition de la masse de notre échantillon. Pour cela on a utilisé un petit diviseur dans le laboratoire.



Figure16: Diviseur à compartiment.

III.1.2.3. Tamisage

Le tamisage consiste à répartir les grains d'un échantillon brut à travers une série de tamis de norme et d'ouvertures de 1mm, 0,1mm, <0,1mm. Ces ouvertures sont formées par des mailles carrées faites dans des toiles métalliques (tamisage par voie sèche), afin de récupérer les trois fractions grossière (FG) de dimension > 1 mm, intermédiaire (FI) de dimension de 0.1 mm à 1 mm et fine de dimension < 0.1 mm. Le refus de chaque tamis est pesé à l'aide d'une balance électrique.



Figure 17: Tamiseuse électrique

Tableau 1: Caractéristiques de la tamiseuse électrique.

Série N°	03.502/9377
Fréquence Hz	50 Hz
Voltage	220 V
Intensité	2.3 A
Puissance	500



Figure 18: Balance électrique.

III.1.2.4. 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 à l'aide d'un broyeur du type RETSCH RM 200 Mortar Grinderl.



Figure 19 : Vibro broyeur.

Tableau 2: Caractéristiques du vibro broyeur

Broyeur	RETSCH 204550004
Poids net	24.2 kg
Matière chargée	molle, dur, cassante, pâteuse
Principe de broyage	pression, friction
Granulométrie initiale	< 8 mm
Finesse finale	< 10 μm
Charge / quantité alimentée	10 – 190 ml
Volume de la chambre de broyage	70 ml
Vitesse à 50 Hz (60 Hz)	100 min^{-1}
Réglage de la vitesse	Non
Domaine d'application	broyage, mélange et trituration - à l'état sec et humide
Champ d'application	agriculture, aliments, biologie, chimie / plastiques, géologie / métallurgie, médecine / pharmaceutique, matériaux de construction, verre / céramique
Puissance consommée	250 W (230 V, 50 Hz) / 290 W (120 V, 60 Hz)
Matériau des outils de broyage	acier trempé, acier inoxydable, carbure de tungstène, agate, corindon fritté, oxyde de zirconium, porcelaine dure
Réglage de la durée de broyage	numérique, 1 - 99 min / fonctionnement continu

III.2. Analyses et caractérisation

III.2.1. Analyses chimiques

Les analyses chimiques effectuées, sont réalisées par la méthode de spectrophotométrie automatique avec l'appareil (auto analyseur Technicon) pour le dosage de P_2O_5 , spectrométrie d'adsorption atomique (SAA) pour le dosage de MgO et le dosage de CO_2 à été réalisé par la

méthode de calcimétrie de BERNARD au laboratoire d'analyse chimique au complexe minier FERPHOS (voir l'annexe).

Le processus de l'analyse chimique permet de donner la composition élémentaire des matériaux exprimé en oxydes.

III.2.2. Analyses minéralogiques

L'analyse minéralogique a pour objet l'identification et le dosage de minéraux. Son processus est très différent de celui de l'analyse. L'analyse minéralogique moderne a par conséquent recours à un ensemble de moyens instrumentaux, chacun d'eux permettant de plus au moins près telle ou telle caractéristique spécifique de chaque minéral présent dans les mélanges. En effet, un minéral peut être caractérisé par :

- Sa structure cristalline (répartition des atomes dans des réseaux géométriques qui est mise en évidence grâce au diagramme de monocristaux par diffraction de rayons X (DRX).
- son réseau cristallin qui peut être extrait des diffractomètres des rayons X ;
- Sa teneur dans un mélange qui peut être dosé dans certains cas par diffractométrie quantitative de rayons X par des méthodes dites de l'étalon interne ou externe;
- Sa morphologie (taille et forme des particule), ainsi que ses défauts (dislocation, etc.) qui peuvent être observées ou évaluées par les microscopies électroniques ;
- Sa microcomposition élémentaire approchée (composition en atome et/ ou en en masse d'atome) qui peut être déterminé par l'analyse au microscope électronique à balayage [8].

II.2.2.1. Diffraction des rayons X

Un minéral peut être caractérisé par sa structure cristalline, son réseau cristallin et sa teneur dans un mélange qui peut être extrait par diffraction des rayons X.

La diffraction des rayons X a été réalisée au laboratoire de génie des matériaux à l'université de Bejaia, à l'aide d'un diffractomètre PANalytical, équipé d'un détecteur courbe de 120°, d'un porte échantillon et d'une source délivrant un rayonnement de la raie $K\alpha_1$ du cuivre (1,5406 Å). L'analyse minéralogique a été réalisée sur des échantillons de phosphate beige broyé (PBB).

III.2.2.2. Observation au microscope électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une méthode d'analyse qui permet de déterminer la morphologie et l'état de surface d'un matériau. Elle fournit des informations sous forme d'images lumineuses, résultant de l'interaction d'un faisceau d'électrons avec un volume microscopique de l'échantillon étudié [5], [7].

Les observations en microscopie électronique à balayage ont été réalisées au Laboratoire d'analyse de l'université de Bejaia. Elles consistent en des analyses élémentaires de l'imagerie par un microscope de marque FTI QUANTA200. Les échantillons sont préparés en déposant la poudre sur une pastille recouverte d'une fine couche de graphite dont la surface est adhésive [11].

Conclusion

Pour caractériser un matériau solide, on ne va pas l'utiliser tel qu'il est, il est nécessaire d'effectuer un traitement mécanique et le transformer en poudre fine (analyse granulométrique) avant de l'analyser par les différentes méthodes qu'on a utilisées : les analyses chimiques sont réalisées par la spectrophotométrie automatique (pour le dosage de P_2O_5), spectrométrie d'adsorption atomique (SAA) (pour le dosage de MgO) et la calcimétrie de BERNARD (pour le dosage de CO_2), ainsi que les analyses minéralogiques sont réalisées par deux méthodes : par DRX et par MEB.

Introduction

D'après les différentes méthodes d'analyse utilisées (granulométrique, chimique et minéralogique), détaillées dans le chapitre précédent on peut déduire l'influence de broyage sur les caractéristiques chimique et minéralogique de minerai de phosphate beige de Kef Essennoun.

IV.1. Analyse granulométrique

IV.1.1. Analyse granulométrique de l'échantillon global de minerai de phosphate

Les pourcentages des refus cumulés et des passants cumulés, sont rassemblés dans le tableau ci-dessus et présenté sous les formes d'un histogramme sur la figure (21), en fonction d'ouverture des tamis.



Figure 20: Présentation de l'échantillon global.

Tableau 3: Analyse granulométrique de l'échantillon globale de phosphate beige de Kef Essennoun.

Fraction granulométrique	Ouvertures des tamis (mm)	Masse (g)	Masse (%)	% cumulatif refus	% cumulatif passant
FG	+ 1mm	4,9	2,30	2,30	97,69
FI	-1mm +0,1 mm	176,10	82,83	85,13	14,86
FF	<0,1 mm	31,6	14,86	99,99	0
Total		212,6	99,99	/	/

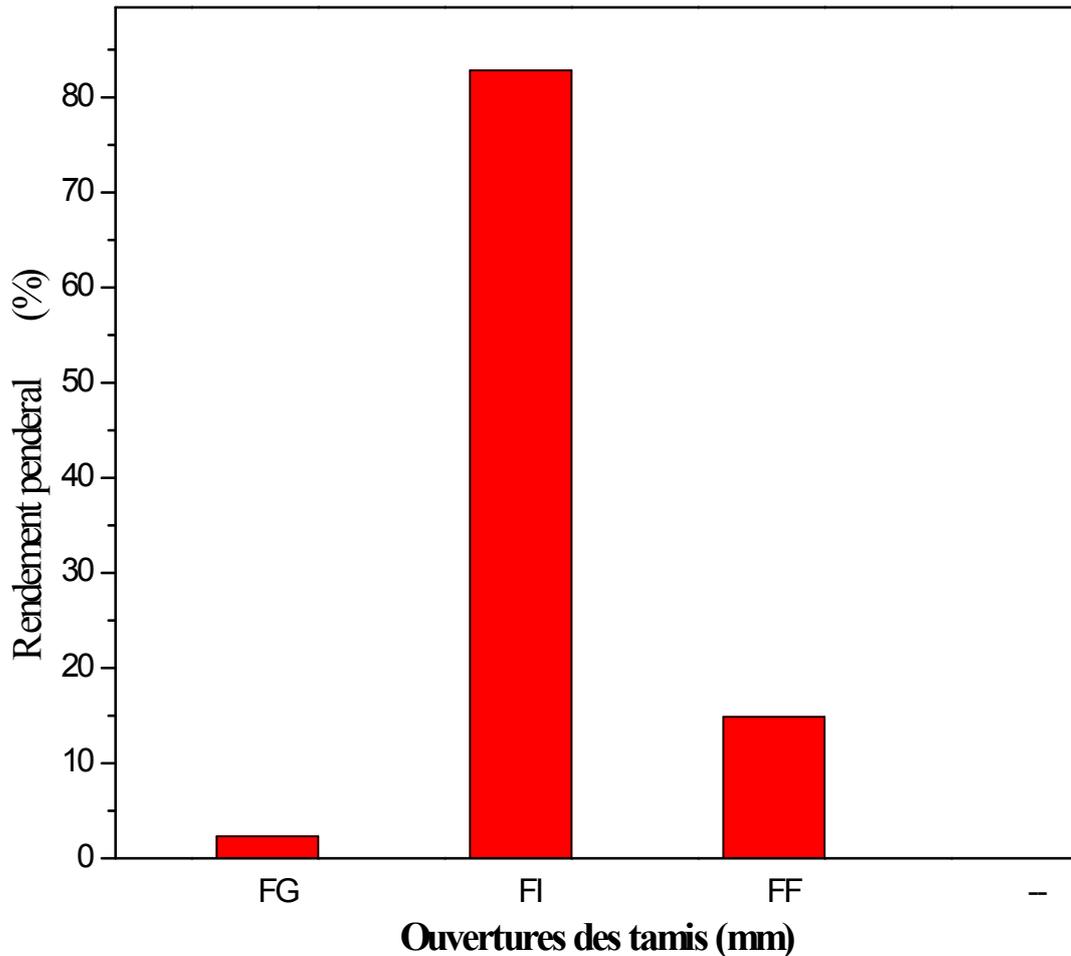


Figure 21: Histogramme de l'analyse granulométriques de l'échantillon global avant broyage.

Les résultats de l'analyse granulométrique par tamisage obtenus pour l'échantillon global montre que une majeure partie de la masse global de l'échantillon étudié (plus de 80%) est représentée par la tfraction granulométrique intermédiaire (-1mm +0,1mm) avec une présence mineur de la fraction grossière +1mm.

IV.1.2. Influence du temps de broyage sur la granulométrie de minerai de phosphate

Des essais de broyage à différents temps (2, 4, 8 et 12 min) sont réalisés sur des échantillons prélevés de l'échantillon global dans un vibro broyeur à l'unité CERPHOS de la mine de Djebel Onk (Tébessa). Les résultats des analyses granulométriques effectués sur les échantillons avant et après broyage sont rassemblés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 4: Analyse granulométrique de l'échantillon de phosphate broyé à différents temps ($t_1=0$ min, $t_2=2$ min, $t_3=4$ min, $t_4=8$ min et $t_5=12$ min).

Ouverture des tamis (mm)	Rendement en masse (%) / temps (min)				
	t_1	t_2	t_3	t_4	t_5
+1 mm	2,3	0	0	0	0
-1+0.1mm	82,83	64,2	55,4	43,6	40,6
<0.1 mm	14,86	35,8	44,6	56,4	59,4
Total	99,99	100	100	100	100

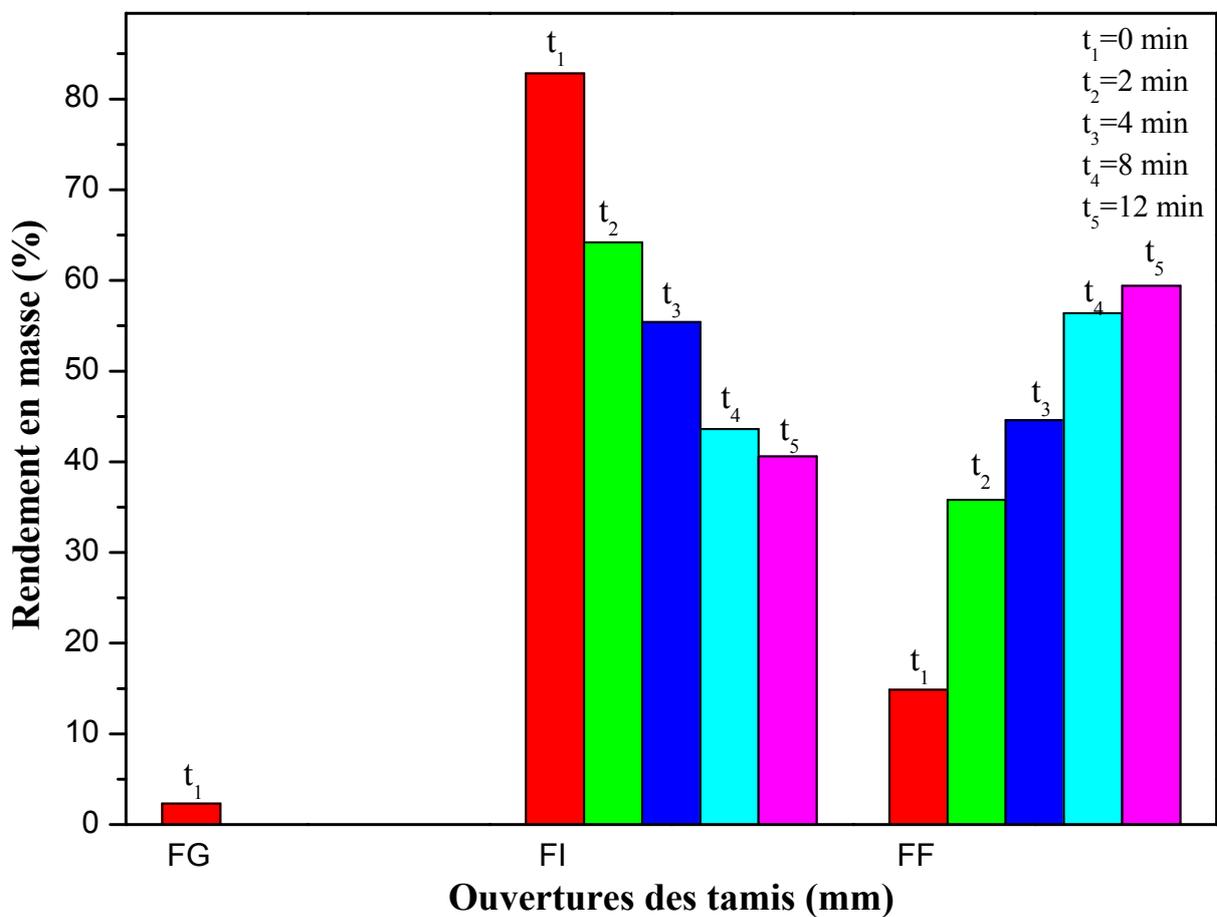


Figure 22: Histogramme de l'analyse granulométrique avant et après broyage à différents temps de broyage.

Les résultats portés sur le tableau (5) et représentés par l'histogramme de la figure (22), montrent la disparition quasi-totale de la fraction grossière (+1mm) après 2 min de broyage. Ainsi que la diminution du pourcentage en masse pour la fraction intermédiaire (-1mm+0,1mm) de 82,83% à 40,6% en fonction du temps de broyage qui alimente la fraction fine, et aussi l'augmentation de pourcentage en masse de la fraction fine (<0,1mm) de 14,86

% à 59,4% pour atteindre un maximum après 12 min de broyage. En effet, l'ensemble de ces résultats ont confirmé l'efficacité de la fragmentation réalisée ainsi l'influence du temps de séjour dans le broyeur.

IV.2. Analyse chimique

Les analyses chimiques effectuées, sont réalisées par la méthode de spectrophotométrie automatique avec l'appareil (auto analyseur Technicon), spectrométrie d'adsorption atomique (SAA) et le dosage de CO₂ a été réalisé par la méthode de calcimétrie de BERNARD au laboratoire d'analyse chimique au complexe minier FERPHOS.

IV.2.1. Analyse chimique avant broyage

La détermination de la teneur en P₂O₅, MgO et CO₂ a été effectué sur l'échantillon global ainsi que ses fractions granulométriques (FG, FI et FF) de minerai de phosphate avant broyage. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau.

Tableau 5: Analyse chimique par fractions de l'échantillon globale avant broyage.

Fraction granulométrique (mm)		Composition chimique (%)		
		P ₂ O ₅	MgO	CO ₂
FG	+ 1	19,65	5,04	14,36
FI	-1 +0,1	28,39	1,63	7,67
FF	<0,1	20,44	4,51	12,67
Global		27,12	2,19	9,33

D'après ces résultats, on déduit que la fraction la plus riche en élément phosphate (P₂O₅) par rapport à l'échantillon global est la fraction granulométrique intermédiaire (FI), la plus abondante en masse, avec un % P₂O₅ de 28,39 %, et un % en MgO très faible (1,63 %). En revanche, le % en MgO et en CO₂ est très important dans la fraction grossière (5,04% en MgO, 14,36% en CO₂) et fine (4,51 % en MgO et 12,67% en CO₂) ce qui est due à l'importance des carbonates (dolomite, calcite) et probablement de la matière organique dans ces dernières.

IV.2.2. Influence du broyage sur la composition chimique

Les analyses chimiques réalisées sur les fractions granulométriques fine et intermédiaire (on rappelle la disparition de la fraction grossière après broyage) broyées à des

temps variés dans l'objectif d'étudier l'influence de broyage et le temps de broyage sur la composition chimique. Les résultats obtenus sont présentés par la figure (23, 24, 25) et tableau donné en annexe (2).

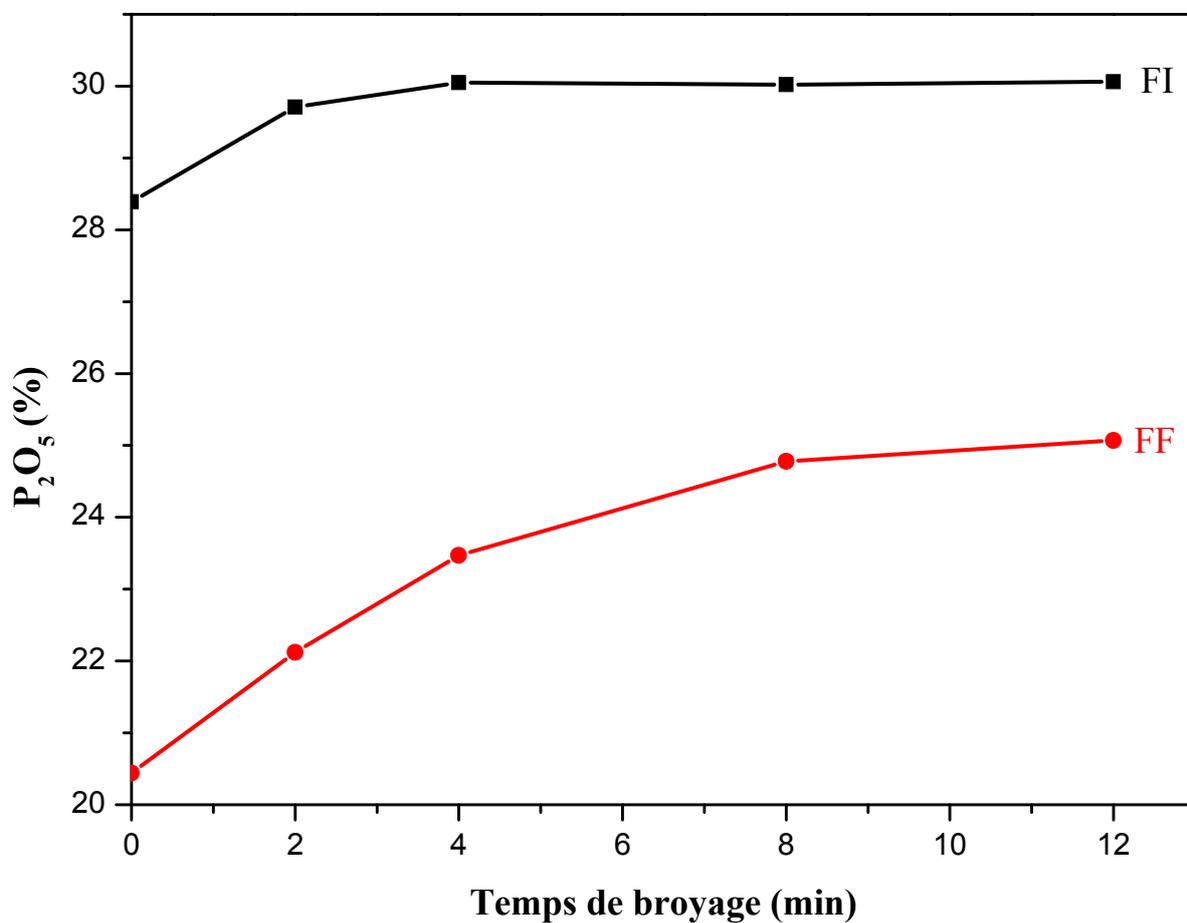


Figure 23 : Evolution de la teneur en P_2O_5 de la fraction intermédiaire (FI) et fine (FF) en fonction du temps de broyage.

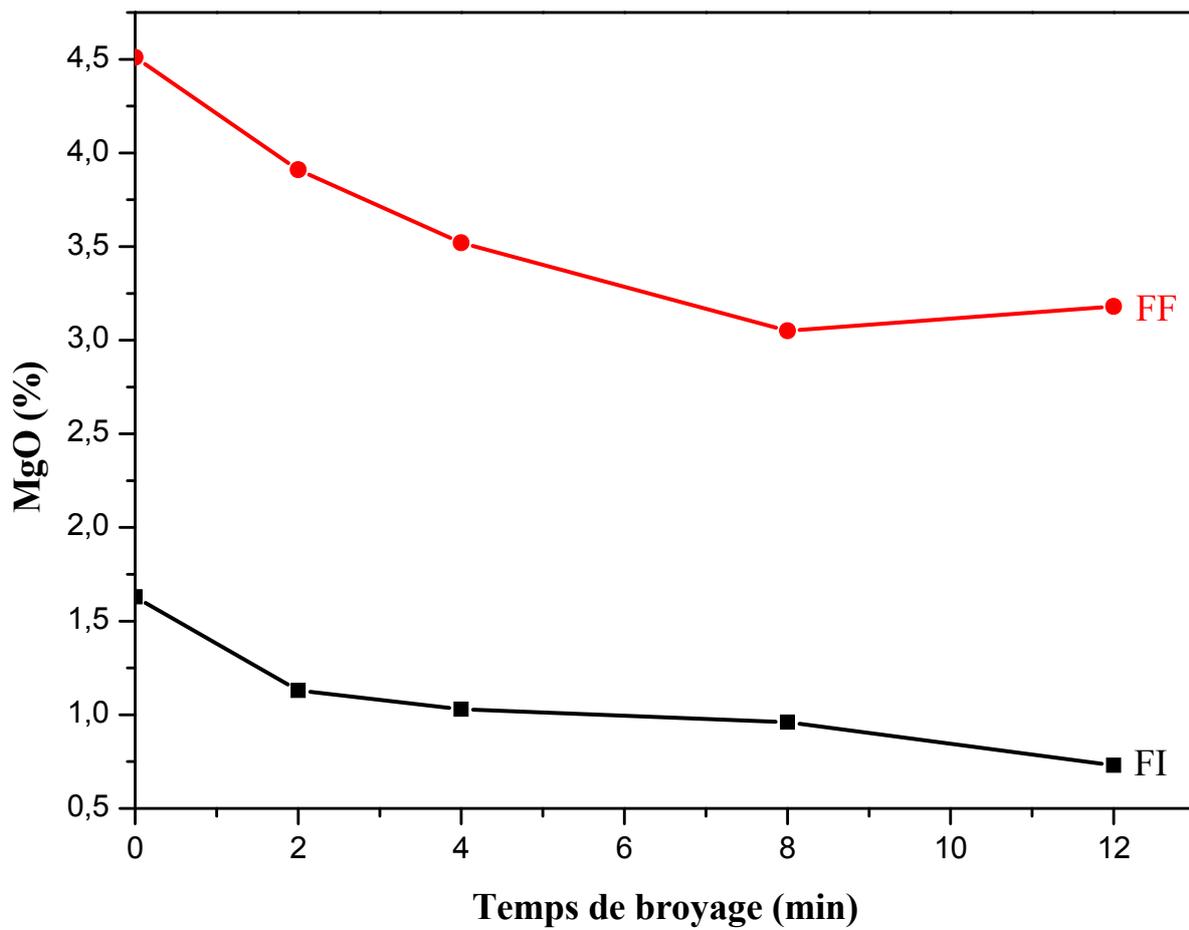


Figure 24: Evolution de la teneur de MgO de la fraction intermédiaire(FI) et fine(FF) en fonction du temps de broyage.

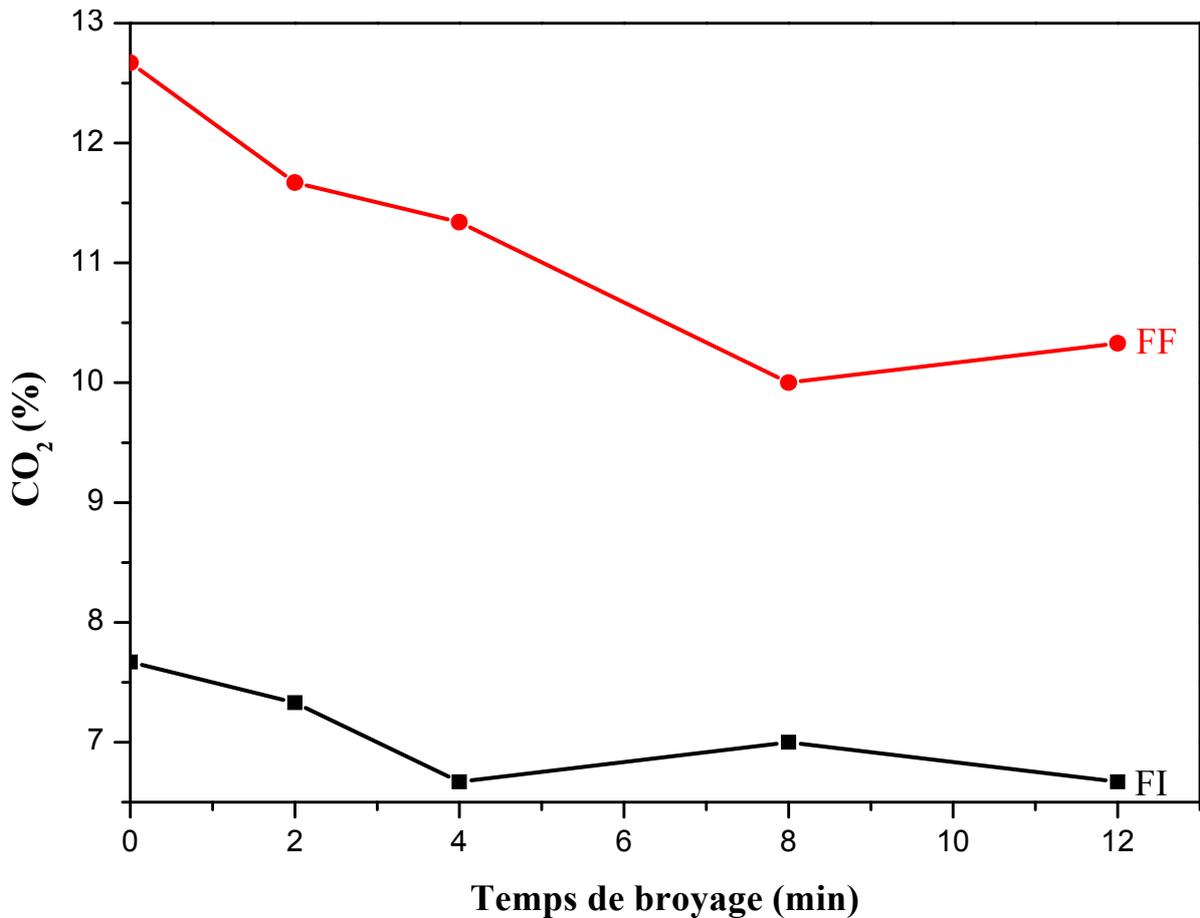


Figure 25: Evolution de la teneur de CO₂ de la fraction intermédiaire (FI) et fine (FF) en fonction du temps de broyage.

D'après les résultats portés sur les figures précédentes on remarque :

- L'augmentation considérable de la teneur en P₂O₅ de la fraction intermédiaire (FI) de 28,39 % à 30,06% au bout de 4mn de broyage qui se stabilise légèrement au delà de 4 mn de broyage et cela, malgré la diminution de son pourcentage en masse, en fonction du temps de broyage.

- Une augmentation régulière en fonction du temps de broyage de la teneur en P₂O₅ de la fraction fine (20,44% à 25,07%) ce qui est expliqué par la libération des éléments phosphatés par le broyage.

- Une diminution considérable de la teneur en MgO et de CO₂ (figure 24 et 25) pour la fraction intermédiaire et fine (de 1,63% à 0,93% en MgO et de 7,67 à 6,67% en CO₂ pour la fraction intermédiaire (FI) et de 4,51% à 3,18% en MgO et de 12,67 à 10,33% en CO₂ pour la fraction fine (FF)) en fonction du temps de broyage, En effet, cette diminution est due à la destruction de l'exogangue carbonatée

et de la matière organique importante dans la fraction fine, Suivie d'une libération des éléments utiles.

IV.3. Caractérisation minéralogique

Cette partie est consacrée à la caractérisation minéralogique par diffraction à rayons X (DRX) et observation au microscope électronique à balayage (MEB). L'étude minéralogique du minerai de phosphate a porté sur l'échantillon global et les fractions intermédiaire et fine avant et après broyage à différents temps.

IV.3.1. Caractérisation minéralogique par diffraction à rayon X (DRX)

L'analyse par DRX permet d'identifier les phases minéralogiques majeurs et mineurs de chaque échantillon, à savoir l'hydroxylapatite, le carbonate hydroxylapatite, le carbonate Fluorapatite et la Fluorapatite ainsi que les éléments de la gangue (dolomite, calcite, quartz, magnésite et montmorillonite).

IV.3.1.1. Caractérisation minéralogique des échantillons de minerai de phosphate avant broyage

Pour pouvoir suivre l'évolution de ces minéraux par taille des grains on a effectué l'analyse sur les trois principales fractions étudiées (grossière, intermédiaire et fine). Les résultats sont présentés sur les figures (26).

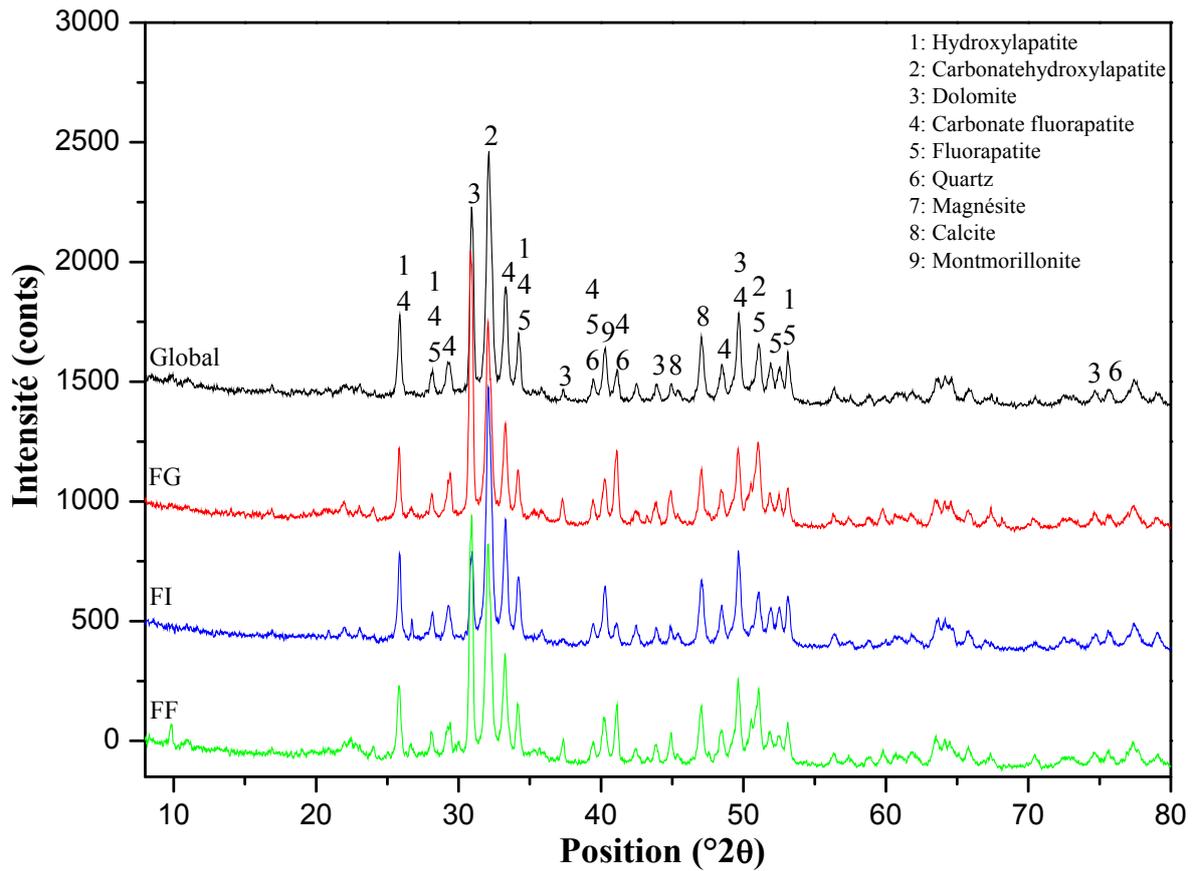


Figure 26: Diffractogrammes des rayons X du minerai de phosphate brut (global) et les fractions granulométrique : grossière, intermédiaire et fine avant le broyage.

De ces résultats, on observe :

- Une Prédominance des phases minérales hydroxylapatite, carbonate hydroxylapatite, carbonate fluorapatite, fluorapatite et la dolomite (phases minérale majeures) ainsi la présence des phases mineures à savoir quartz, magnésite, montmorillonite.
- Une défférence de composition minéralogique est entre les fractions granulométrique par rapport au global, en effet on observe clairement l'importance du pic principal caractéristique des carbonates (dolomite) dans la fraction grossière et la fraction fine ce qui est confirmé par la teneur de MgO et de CO₂ élevée dans ces derniers.
- une légère diminution de l'intensité des pics caractéristiques des éléments phosphatés (hydroxylapatite, carbonate hydroxylapatite, carbonate fluorapatite et fluorapatite) dans la fraction fine et grossière.

IV.3.1.2. Caractérisation minéralogique des échantillons de minerai de phosphate après broyage

a- Caractérisation de la fraction intermédiaire (FI)

La composition minéralogique des échantillons de la fraction intermédiaire du minerai de phosphate après broyage à différents temps (2, 4, 8 et 12 min) est illustrée par les diffractogrammes de la figure (27).

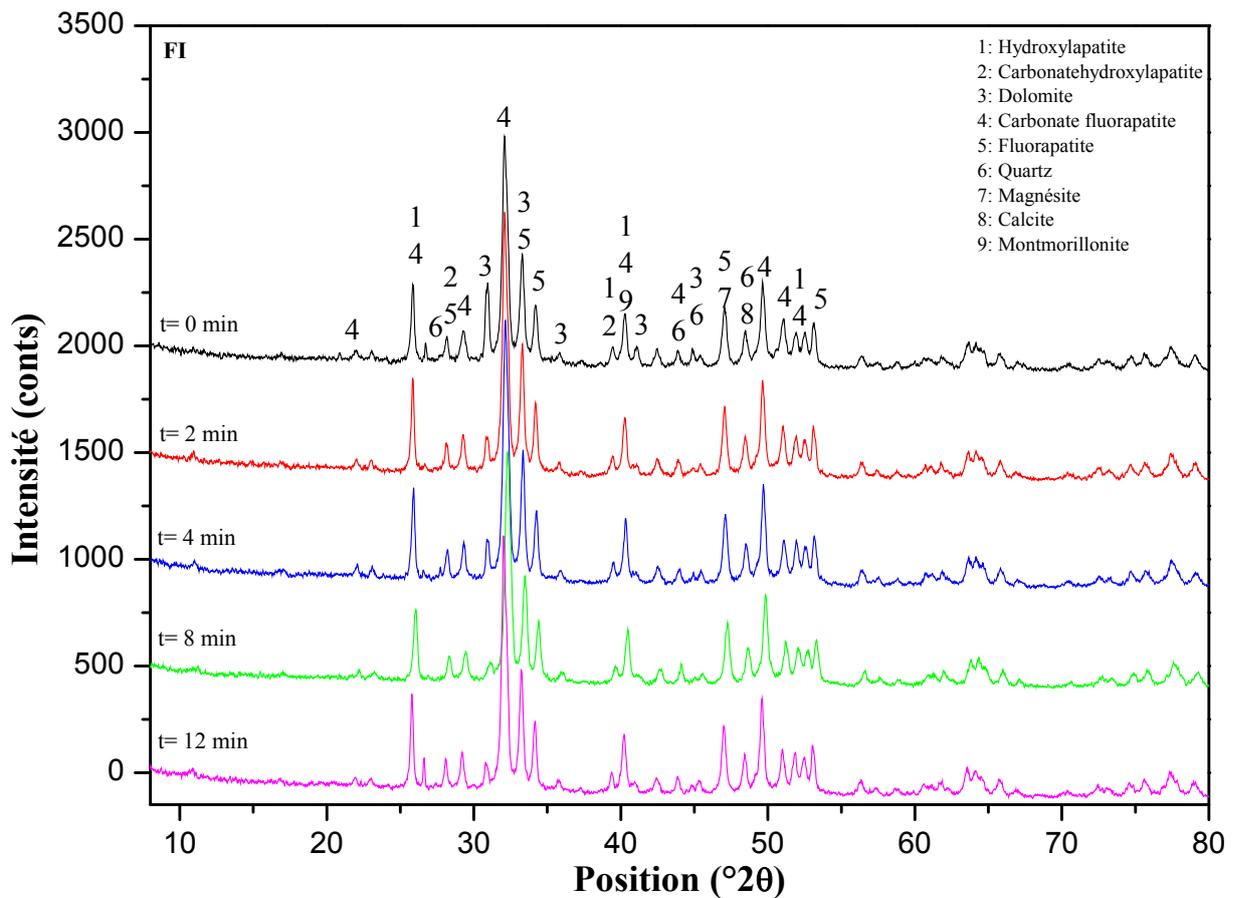


Figure 27: Diffractogrammes des rayons X de la fraction intermédiaire (-1mm+0.1mm) du minerai de phosphate en fonction du temps de broyage.

Les diffractogrammes de la figure 27 montrent clairement :

- La disparition quasi-totale des pics caractéristiques de dolomite et de quartz après broyage à différents temps de broyage dans la fraction intermédiaire.
- L'intensité des pics des éléments phosphatés contenu dans la fraction intermédiaire a augmenté considérablement par broyage à différents temps ce qui est expliqué par

la libération des éléments phosphatés du ciment dolomitique totalement disparu après broyage.

b- Caractérisation de la fraction fine (FF)

La composition minéralogique des échantillons de la fraction fine du minerai de phosphate sont illustrés par les diffractogrammes de la figure (28).

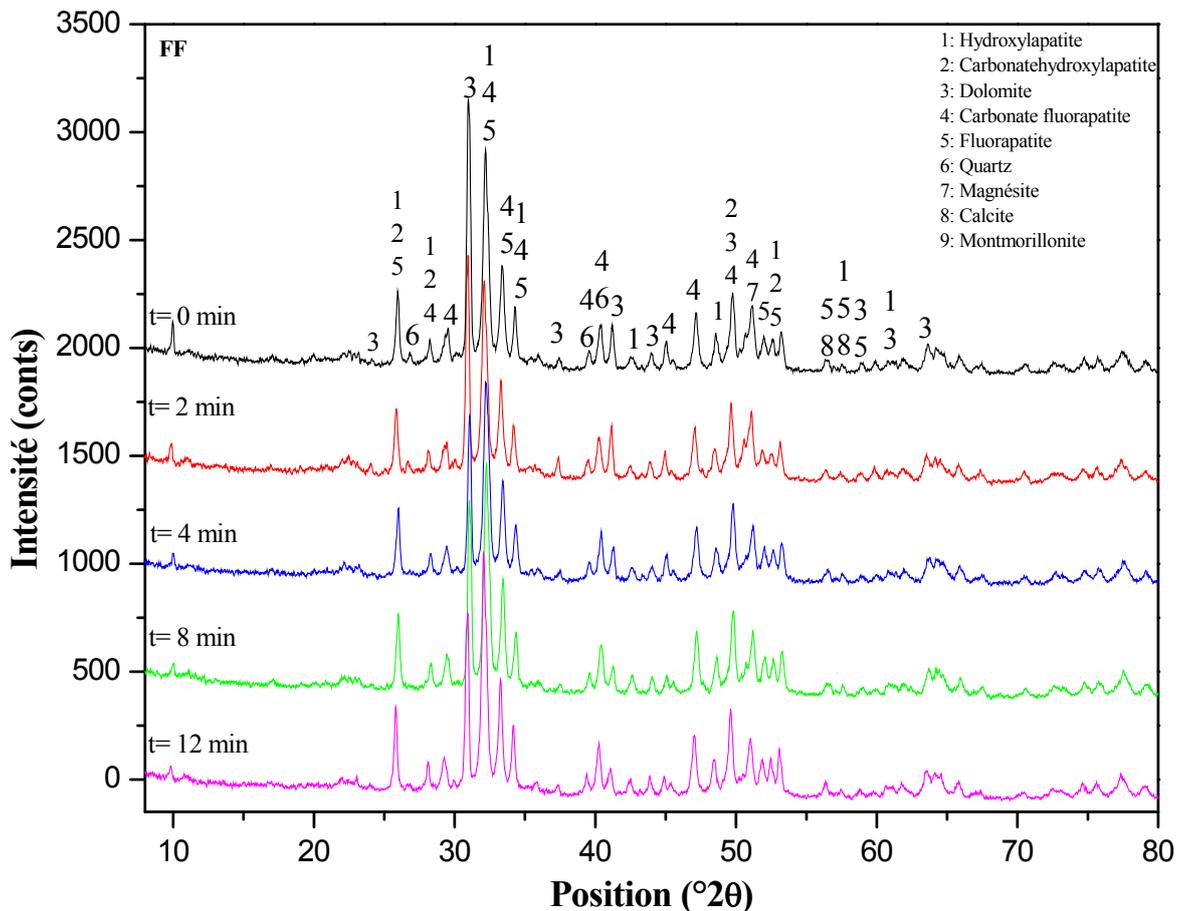


Figure 28: Diffractogrammes des rayons X de la fraction fine (<0.1 mm) du minerai de phosphate en fonction du temps de broyage.

Les résultats de cette analyse nous a permis d'enregistrer :

- Une intensité importante de pic caractéristique de la dolomite par rapport au global et la fraction intermédiaire avant broyage ce qui est expliqué par la prédominance du ciment dolomitique dans cette fraction et qui est confirmé par les résultats des analyses chimiques réalisées.
- Une diminution considérable de l'intensité de ces pic après broyage et cela en fonction du temps ce qui était confirmé encore par la diminution de % MgO et % CO₂. Cette

destruction de la phase dolomitique nous a permis une libération considérable des particules phosphatées montrée par l'augmentation des intensités des éléments phosphatés (hydroxyapatite et fluorapatite) et qui est toujours confirmée par l'augmentation de % P₂O₅.

Conclusion

Le broyage influe sur la libération des éléments phosphatés. Ce qui est confirmé par les résultats des analyses chimiques et minéralogiques.

IV.3.1.3. Influence du broyage sur les propriétés minéralogiques du phosphate

❖ Les dimensions de la maille élémentaire et la densité des cristaux.

L'étude de l'influence de la fragmentation par broyage sur les paramètres des cristaux (maille élémentaire et densité) des éléments majeurs détectés précédemment par l'analyse minéralogique par diffraction à rayons X à savoir l'hydroxyapatite, le carbonate fluorapatite et la fluorapatite ainsi que la dolomite a été réalisée en fonction du temps de broyage. Les résultats obtenus avant et après broyage pour les deux fractions granulométriques fine (<0.1 mm) et intermédiaire (+ 0.1 mm -1 mm) sont présentés dans les tableaux (7, 8, 9, 10) suivants :

Tableau 6: Influence du broyage sur les paramètres élémentaire de cristal de l'hydroxyapatite de la fraction intermédiaire (+0.1 mm-1mm) et fine (<0.1 mm) de minerai de phosphate.

Temps (min)	Dimension de maille (Å)/ fraction granulométrique						Densité des cristaux (g/cm ³)/ fraction granulométrique			
	a		b		c		calculée		mesurée	
	FI	FF	FI	FF	FI	FF	FI	FF	FI	FF
0	9,418	9,418	9,418	9,418	6,884	6,884	3,16	3,16	3,08	3,08
2	9,418	9,418	9,418	9,418	6,884	6,884	3,16	3,16	3,08	3,08
4	9,432	9,432	9,432	9,432	6,881	6,881	3,16	3,16	3,08	3,08
8	9,418	9,418	9,418	9,418	6,884	6,884	3,16	3,16	3,08	3,08
12	9,418	9,418	9,418	9,418	6,884	6,884	3,16	3,16	3,08	3,08

Tableau 7: Influence du broyage sur les paramètres élémentaire de cristal du carbonate fluorapatite de la fraction intermédiaire (+0,1 mm-1mm) et fine (<0,1 mm) de minerai de phosphate.

Temps (min)	Dimension de maille (A°)/ fraction granulométrique						Densité des cristaux (g/cm ³)/ fraction granulométrique			
	a		b		c		Calculée		Mesurée	
	FI	FF	FI	FF	FI	FF	FI	FF	FI	FF
0	9,3460	9,3460	9,3460	9,3460	6,8870	6,8870	3,04	3,04	3,18	3,18
2	9,3460	9,3460	9,3460	9,3460	6,8870	6,8870	3,04	3,04	3,18	3,18
4	9,3460	9,3460	9,3460	9,3460	6,8870	6,8870	3,04	3,04	3,18	3,18
8	9,3460	9,3460	9,3460	9,3460	6,8870	6,8870	3,04	3,04	3,18	3,18
12	9,3460	9,3460	9,3460	9,3460	6,8870	6,8870	3,04	3,04	3,18	3,18

Tableau 8: Influence du broyage sur les paramètres élémentaire de cristal du fluorapatite de la fraction intermédiaire (+0,1 mm-1mm) et fine (<0,1 mm) de minerai de phosphate.

Temps (min)	Dimension de maille (A°)/ fraction granulométrique						Densité des cristaux (g/cm ³)/ fraction granulométrique			
	a		b		c		Calculée		Mesurée	
	FI	FF	FI	FF	FI	FF	FI	FF	FI	FF
0	9,3684	9,3460	9,3684	9,3460	6,8841	6,8870	3,20	3,04	3,15	3,18
2	9,3684	9,3460	9,3684	9,3460	6,8841	6,8870	3,20	3,04	3,15	3,18
4	9,3684	9,3460	9,3684	9,3460	6,8841	6,8870	3,20	3,04	3,15	3,18
8	9,3684	9,3460	9,3684	9,3460	6,8841	6,8870	3,20	3,04	3,15	3,18
12	9,3684	9,3460	9,3684	9,3460	6,8841	6,8870	3,20	3,04	3,15	3,18

Tableau 9: Influence du broyage sur les paramètres élémentaire de cristal de la dolomite de la fraction intermédiaire (+0,1 mm-1mm) et fine (<0,1 mm) de minerai de phosphate.

Temp (min)	Dimension de maille (Å)/ fraction granulométrique						Densité des cristaux (g/cm ³)/ fraction granulométrique			
	a		b		C		calculée		mesurée	
	FI	FF	FI	FF	FI	FF	FI	FF	FI	FF
0	4,8112	4,8112	4,8112	4,8112	160,02	160,02	2,86	2,86	2,86	2,86
2	4,8112	4,8112	4,8112	4,8112	160,02	160,02	2,86	2,86	2,86	2,86
4	4,8112	4,8112	4,8112	4,8112	160,02	160,02	2,86	2,86	2,86	2,86
8	4,8112	4,8112	4,8112	4,8112	160,02	160,02	2,86	2,86	2,86	2,86
12	4,8112	4,8112	4,8112	4,8112	160,02	160,02	2,86	2,86	2,86	2,86

Les résultats montrent que la fragmentation par broyage n'influe pas sur les paramètres de la maille élémentaire et sur la densité des cristaux. En effet, aucun changement au niveau de la structure cristalline des phases majeures n'a été enregistré soit par fraction granulométrique soit par temps de broyage.

IV.3.2. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est permet de déterminer la morphologie et l'état de surface d'un matériau.

Cela est effectué sur l'échantillon de phosphate global, la fraction intermédiaire et fine avant et après broyage. Les résultats sont rassemblés sur la planche de la figure ci-dessous.

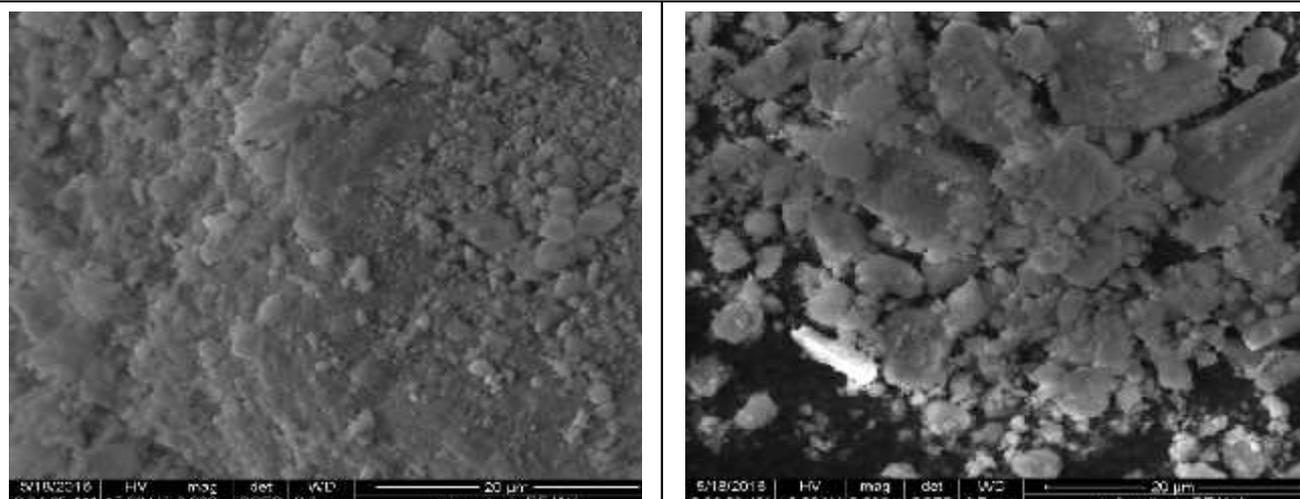
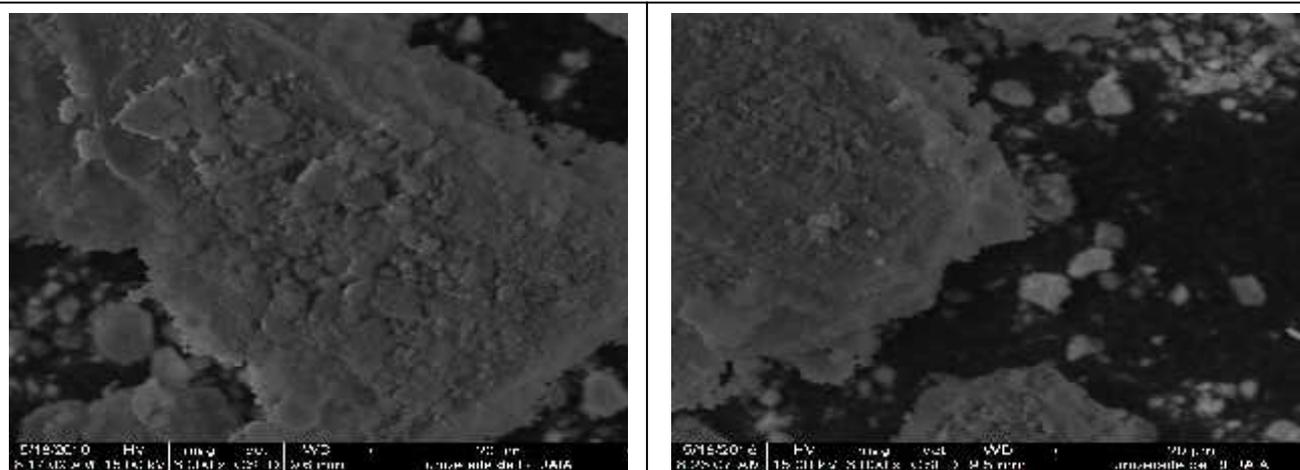


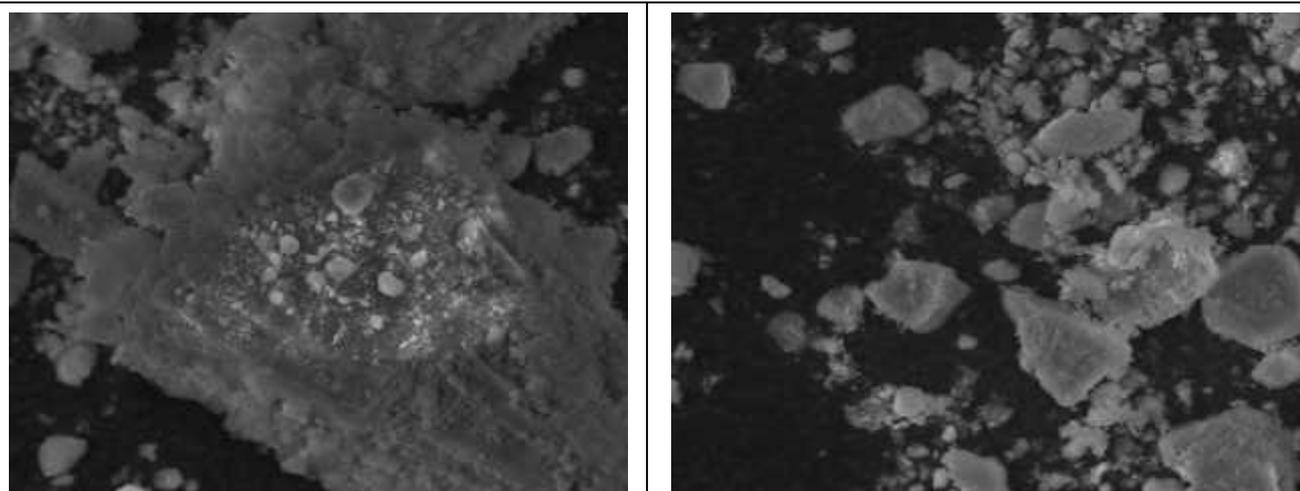
Image 1 : Micrographie de fraction globale du minerai avant broyage.



Avant broyage

Après broyage

Image 2 : Micrographie de la fraction intermédiaire avant et après broyage.



Avant broyage

Après broyage

Image 3 : Micrographie de la fraction fine avant et après broyage.

Figure 29: Observation au MEB de l'échantillon de minerai de phosphate global, la fraction intermédiaire et fine avant et après broyage.

Ces images montrent :

Que le minerai global avant broyage est constitué des grains de taille et de forme différente qui est due à la présence de l'exogangue constituée principalement des cristaux de dolomite et d'agrégat englobant et piégeant sous forme d'un ciment dolomitique. Les particules phosphatées de faible granulométrie.

Un écartement de quelque grain phosphaté, de la gangue (constitué d'agrégat de carbonate (dolomite et calcite) et de silicate (montmorillonite et quartz)) après broyage de la fraction intermédiaire.

Que la surface de la fraction fine avant et après broyage fait apparaître une morphologie et un arrangement des cristaux phosphatés sensiblement différent. Cette modification de la morphologie de surface apparaît sous forme d'une surface nettoyée de quelques grains avec une libération des particules de forme homogène caractérisant les éléments phosphatés.

Conclusion

D'après les résultats des analyses obtenues, on conclut :

Les analyses granulométriques confirment l'efficacité de la fragmentation réalisée ainsi l'influence du temps de séjour dans le broyeur. D'après ces résultats,

D'après les analyses chimiques on déduit que la fraction la plus riche en élément phosphaté (P_2O_5) est la fraction granulométrique intermédiaire (FI) par contre la fraction la plus riche en élément carbonaté (calcite et dolomite) est la fraction fine.

Les analyses minéralogiques permettent d'identifier les phases minérales majeures et mineures par la méthode de diffraction des rayons X.

Les micrographies obtenues pour l'échantillon global montrent une vue générale des grains phosphatés très abondants et très propres de taille et de forme différente avec la présence du ciment dolomitique piégeant ces particules qui après broyage se libèrent.

Conclusion générale

Ce travail a porté sur l'influence de la fragmentation par broyage sur la composition chimique et minéralogique de minerai de phosphate beige du gisement de Kef Es sennoun de Djbel Onk.

Les différentes techniques d'analyse appliquée ont mis en évidence une étroite relation entre la composition chimique et minéralogique d'une part et entre la répartition granulométrique d'autre part.

- Les résultats de l'analyse granulométrique par tamisage obtenus montrent une majeure partie de la masse globale de l'échantillon étudié qui est représentée par la fraction granulométrique intermédiaire (+0,1 mm - 1 mm) ainsi une disparition quasi-totale de la fraction grossière (+1mm) après 2 min de broyage et une diminution du % en masse retenue sur la fraction intermédiaire (-1mm+0,1mm) pour alimenter la fraction fine (<0,1 mm).

L'ensemble de ces résultats sont confirmés l'efficacité de la fragmentation réalisée et l'influence du temps de séjour dans le broyeur sur la granulométrie du minerai.

- L'analyse chimique du phosphate de Kef Es sennoun a été effectuée par différentes méthodes : spectrophotométrie d'absorption atomique avec l'appareil (auto analyseur ticnicon, spectrométrie d'adsorption atomique (SAA) et par calcimètre de BERNARD pour déterminer la teneur en P_2O_5 , MgO et CO_2 de l'échantillon global ainsi que ses fractions granulométriques (FG, FI et FF) de minerai de phosphate avant et après broyage.

On conclut que la fraction la plus riche en élément phosphate (P_2O_5) par rapport à l'échantillon global est la fraction granulométrique intermédiaire (FI), la plus abondante en masse. En revanche les éléments de gangue (MgO et CO_2) sont très importants dans la fraction grossière et fine, ce qui est due à l'importance des carbonates (dolomite, calcite) et probablement de la matière organique dans ces dernières.

- L'augmentation considérable de la teneur en P_2O_5 de la fraction intermédiaire (FI) au bout de 4mn de broyage qui se stabilise légèrement au delà de 4 mn de broyage et cela, malgré la diminution de son pourcentage en masse, en fonction du temps de broyage (FI riche en P_2O_5).

- la libération des éléments phosphatés dans la fraction fine après broyage (augmentation régulière de la teneur en P_2O_5 en fonction du temps de broyage).
 - la destruction de l'exogangue carbonatée et de la matière organique importante dans la fraction fine (une faible diminution de la teneur en MgO et de CO_2 pour la fraction intermédiaire et fine en fonction du temps de broyage).
 - L'étude minéralogique du minerai de phosphate effectuée par diffraction des rayons X (DRX) sur le phosphate brut, les fractions granulométriques intermédiaire et fine (on rappelle la disparition de la fraction grossière après broyage) révèle la présence des phases minéralogiques majeures à savoir : hydroxylapatite, carbonate hydroxylapatite, carbonate fluorapatite, fluorapatite et la dolomite. En revanche, la présence de phases mineures (à des intensités faibles) de calcite, quartz et montmorillonite
- Après un broyage à un temps varié ($t = 2, 4, 8, 12$ min) les résultats d'analyse minéralogique par des diffractogrammes ont montré que le temps de broyage influe sur la libération des éléments phosphatés ; la fraction intermédiaire est la plus riche en particules phosphatées et pauvre en carbonate, par contre la fraction fine est riche en éléments de la gangue avec une faible quantité d'élément phosphaté
- Une légère diminution des éléments phosphatés (hydroxylapatite, carbonate hydroxylapatite, carbonate fluorapatite et fluorapatite) après broyage.
 - La disparition quasi-totale de la dolomite et de quartz après broyage à différents temps de broyage dans la fraction intermédiaire avec libération des particules phosphatées.
 - La prédominance de la dolomite dans la fraction fine.
- la fragmentation par broyage n'influe pas sur les paramètres de la maille élémentaire et sur la densité des cristaux (aucun changement au niveau de la structure cristalline des phases majeures).
 - D'après les résultats du MEB obtenus on confirme que le broyage influe sur la libération des éléments phosphatés et sur la forme des grains.

Références bibliographiques

[1]: **BOUCHAIB Semlali**, Caractérisation et modélisation spatial de la broyabilité des massifs rocheux (cas de la mine troilus), université Laval Québec, 2007.

[2]: **NAIR fatma et DAHEUR Sabeh**, Analyse et caractérisation des différentes phases de traitement du minerai de phosphates cas de Djebel Onk, mémoire magister, université Laarbi Tebessi, Tébessa, 2014-2015.

[3]: **KHAZEN Zin Elabidine**, Récupération des eaux usées industrielles cas de Djebel Onk, mémoire d'ingénieure d'état en minéralurgie, université Laarbi Tebessi, Tébessa, 2010.

[4]: **BOUCHAREB Hasna**, Synthèse et étude structurale des phosphates mixtes des métaux à valence I et II, mémoire de fin d'étude magister, Université Mentouri Constantine, 2010.

[5]: **AIT MERZEG Farid**, Valorisation des rejets de minerai de phosphate naturel de Djebel Onk par flottation inverse, mémoire de fin d'étude magister, université A. MIRA Béjaia, 2009-2010.

[6]: **MALEK née BENABDESLAM Nouara**, Influence de la matière organique de phosphate noir de Djebel Onk (Tébessa-Algérie) sur le procédé de traitement, thèse doctorat université de Béjaia, Algérie, 2007.

[7]: **BEZZI Nacer**, Gestion de la qualité et valorisation des minerais de phosphate de Bled el Hadba Djebel Onk (Tébessa), thèse de doctorat, université Farhat Abbas-Sétif, 2005.

[8]: **AIDER Nabila et AITCHAIT Bdada**, Influence des paramètres de broyage sur les caractéristiques minéralogique et texturales du minerai de phosphate noir de gisement de kef Essennoun de la mine de Djebel Onk (tébessa), mémoire master, université A MIRA , 2014-2015.

[9]: **BOUDRAA Issam**, Synthèse et étude structurale par diffraction des rayons X des phosphates mixtes des métaux à valence II et III, mémoire magister, université Mentouri Constantine, Algérie, 2010.

[10]: **KECHICHED Rabeh**, Typologie géochimique et géostatique des minerais de phosphates des gisements de Bled El Hadba (Tébessa), mémoire magister, université Badji Mokhtar-Annaba ,2011.

- [11]: **MALEK née BENABDESLAM Nouara**, Influence de la composition minéralogique du phosphate noir de Djebel Onk (Tébessa) sur le procédé de traitement, mémoire magister, université de Béjaia, 2001.
- [12]: **FERPHOSE**, Etude de développement du gisement de Djebel Onk, rapport d'expertise géologique, 1993.
- [13]: **BRGM**, Etude de développement du gisement de phosphate de Kef Essennoun, rapport, 1978.
- [14]: **KHAZEN Zine Elabidine, FARES Mokhtar et BARHOUM Hamza**, Atelier préparation mécanique, rapport de traitement, 2013.
- [15]: **CHAABIA Raouf**, Etude de la variation du refus supérieur à 15 mm, mémoire master, université d'Annaba, 2011.
- [16]: **Dnipropetrovsk UNM**, Procède et machine de traitement des minéraux utiles, Moscou, 1990.
- [17]: **Pierre Blazy et el-eidjdid**, Technique de l'ingénieur, technologie de fragmentation, A5060.
- [18]: **Meftah lamine**, Audit environnemental de complexe minier de Djebel Onk, Ferphose, rapport, 2002.
- [19]: **LAURENT Clerc**, Broyage ultra fin de carbonates naturels: par métrisation, modélisation et conséquences physico-chimiques, mémoire doctorat, l'Institut des matériaux et des gisements miniers de l'école des mines d'Alès, 1992.
- [20]: **J.Y.E.-A.J. Pierre Blazy**, Fragmentation généralité, théorie, Technique de l'ingénieur, A5050.
- [21]: **E.-A.J. Pierre Blazy**, Fragmentation, applications, Technique de l'ingénieur, A5070.
- [22] : **D. TURPINE**, Rôle de la comminution sur certaines caractéristiques physique de solide inorganique, thèse de doctorat, école nationale supérieur des mines de Saint-Etienne, 2000.
- [23]: **B. Karima**, Compréhension des mécanismes de fragmentation par analyse granulométrique et morphologique, thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Lorraines, 1999.

Annexe 1

Protocole expérimentale

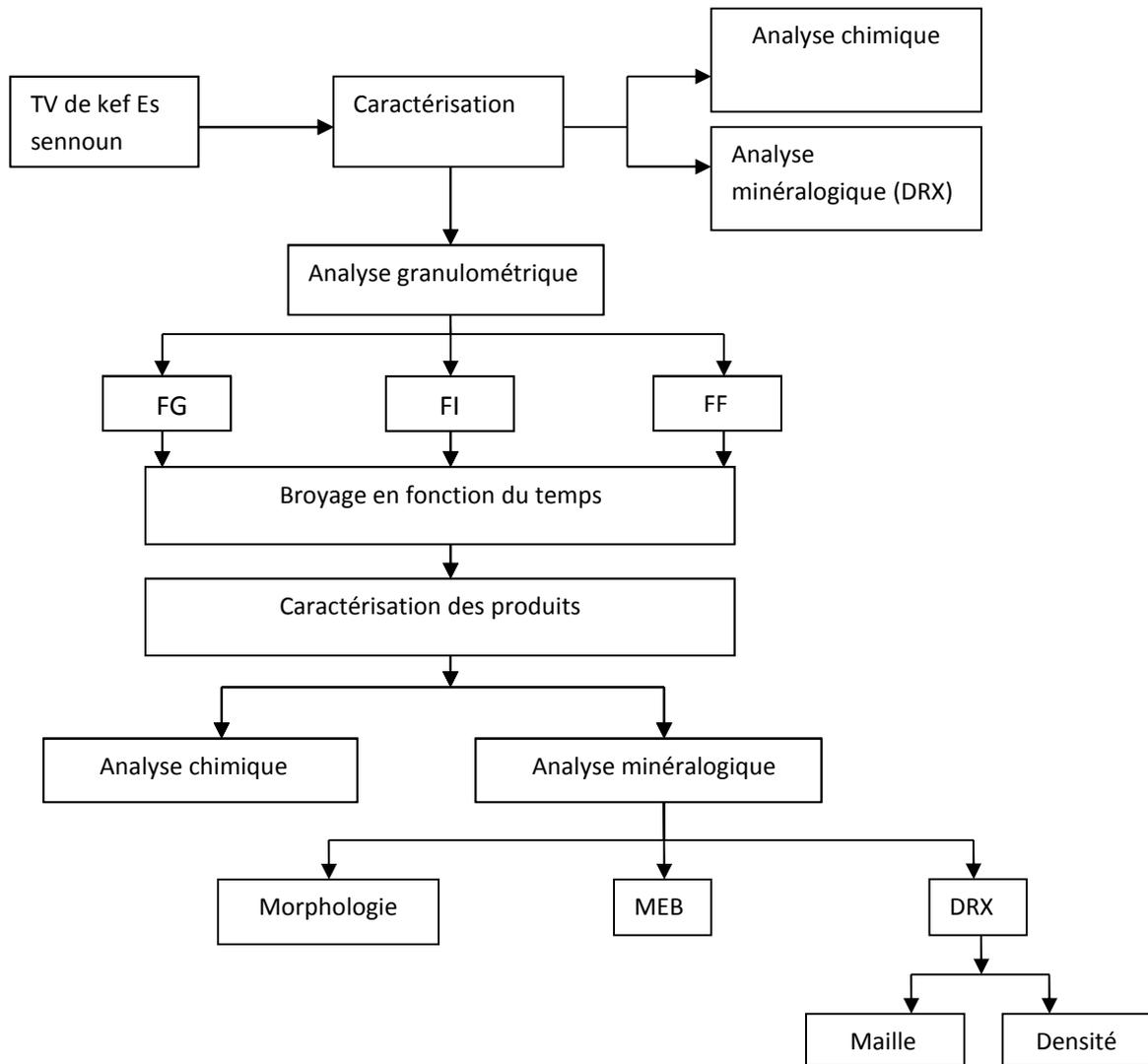


Figure 1 : Protocole expérimentale

Annexe 2

Protocoles expérimentaux conventionnels, utilisant les méthodes d'analyse chimiques et résultats

Nous allons, dans cette annexe, développer les principaux modes opératoires concernant les analyses granulométriques, analyses chimiques classiques courantes et les techniques instrumentales, nécessaires au contrôle de qualité du minerai de phosphate de Djebel Onk.

🚧 Méthodes d'analyses chimiques

Au labo Chimie de la mine de Djbel Onk nous avons effectué les analyses chimiques, des éléments importants selon les méthodes suivantes :

1. Attaque perchlorique

L'attaque du phosphate naturel s'effectuera habituellement par l'attaque perchlorique ou à défaut par l'attaque nitro-chlorhydrique applicable aux méthodes spectrophotométries et l'attaque sulfonitrique applicable à la méthode gravimétrique du P_2O_5 .

2. Dosage du P_2O_5 par la méthode spectrophotométrie automatique (Auto analyseur Technicon)

Le système Technico Auto analyseur est le dernier né d'une gamme complète d'instruments pour l'analyse chimique automatique en phase liquide.

L'Auto analyseur met en œuvre les techniques les plus évoluées de la mécanique de fluide pour réaliser la mesure rapide et fiable des paramètres industriels les plus critiques, à des cadences de dosages pouvant atteindre 120 échantillons par heure.

Dans le système l'Auto analyseur, on dépose les échantillons dans godets du distributeur. Une pompe proportionnant péristaltique fonctionnement en contenu assure leur prélèvement et les fait avancer ainsi que les étalons et les réactifs dans le circuit analytique. La réaction de coloration prend place dans une bobine de délai ou celle d'un bain-marie. Le colorimètre mesure la densité optique de la solution tandis que les résultats s'inscrivent en une série de pics sur la feuille d'enregistrement.

La réponse de l'enregistrement est directement proportionnelle à la concentration de la substance dosée.

3. Dosage du Magnésium MgO par la méthode par absorption atomique

➤ Spectrométrie d'absorption atomique

Dans le cas particulier de l'absorption atomique, on travaille sur des atomes libres à l'état fondamental ces atomes peuvent absorber des photons et passer ainsi à leurs différents états excités peu nombreux à cause des règles de sélection qui interdisent le nombre total de combinaisons que l'on pourrait réaliser entre les états excités et l'état fondamental.

Pour un atome, on peut donc faire de l'absorption sur les raies qui correspondent au passage état fondamental - états excités, mais avec une sensibilité différente liée aux coefficients d'Einstein différents pour chaque niveau excité. Ces raies sont appelées raies de résonance bien que l'on réserve quelquefois cette appellation à la plus sensible d'entre elles.

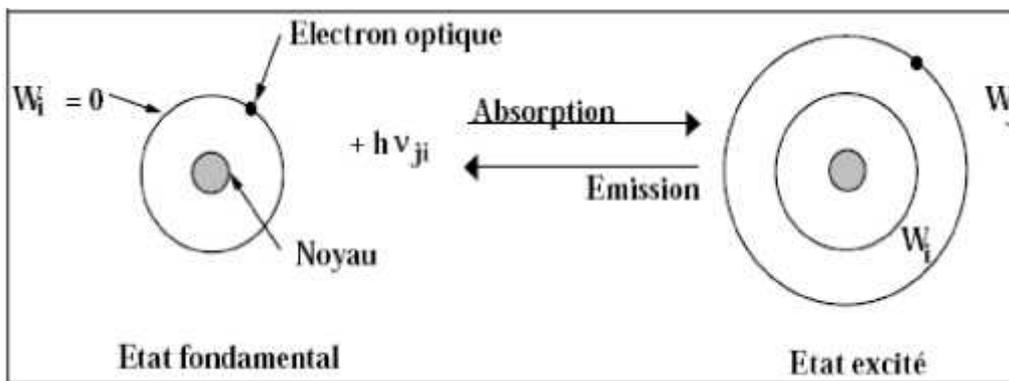


Figure 1: Interaction rayonnement matière

Les photons absorbés étant caractéristiques des éléments absorbants, et leur quantité étant proportionnelle au nombre d'atomes d'élément absorbant, l'absorption permet de mesurer les concentrations des éléments que l'on a décidé de doser.

L'appareil est schématisé ci-dessous

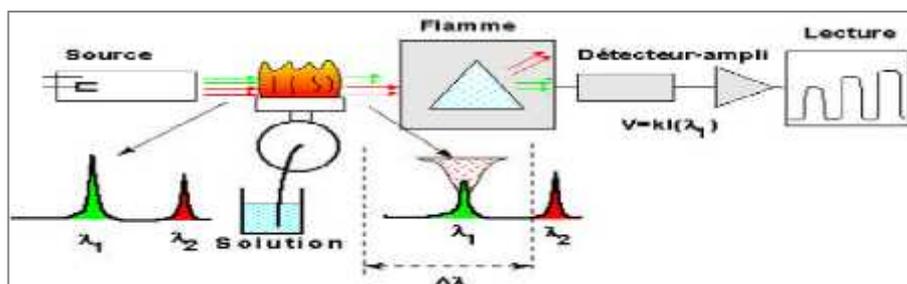


Figure 2: Schéma de principe du spectrophotomètre d'absorption atomique

4. Dosage de l'anhydride carbonique (CO₂) (Par Calcimètre de BERNARD)

Un calcimètre permet de mesurer le volume de CO₂ dégagé par action de l'acide chlorhydrique (HCl) sur le carbonate de calcium (CaCO₃) d'un échantillon de sol ou de roche [7].

Appareil de mesure du dégagement gazeux (calcimètre de BERNARD).

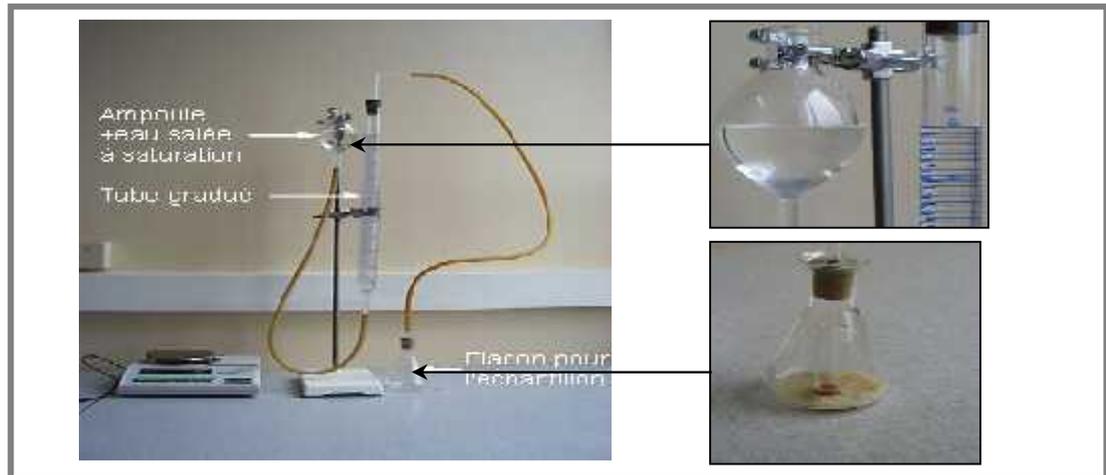


Figure 3: Schéma de Calcimètre de BERNARD.

Evolution de la composition chimique

1. Evolution de la teneur en P₂O₅

Tableau 1: Variation de la teneur en P₂O₅ par fraction granulométrique (FG, FI, FF) en fonction du temps de broyage (t en min).

Fraction Temps (min)		% P ₂ O ₅		
		FG	FI	FF
2		–	29,71	22,12
4		–	30,05	23,47
8		–	30,02	24,78
12		–	30,06	25,07

2. Evolution de la teneur en MgO

Tableau 2: Variation de la teneur en MgO par fraction granulométrique (FG, FI, FF) en fonction du temps de broyage (t en min).

Fraction Temps (min)		% MgO		
		FG	FI	FF
2		–	1,13	3,91
4		–	1,03	3,52
8		–	0,96	3,05
12		–	0,93	3,18

3. Evolution de la teneur en CO₂

Tableau 3: Variation de la teneur en CO₂ par fraction granulométrique (FG, FI, FF) en fonction du temps de broyage (t en min).

Fraction Temps (min)		% CO ₂		
		FG	FI	FF
2		–	7,33	11,67
4		–	6,67	11,34
8		–	7,00	10,00
12		–	6,67	10,33

Annexe 3

Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X sur poudre est une méthode d'analyse de phase non destructive. Elle permet d'obtenir la composition élémentaire et moléculaire d'un matériau [19]. L'intérêt de cette méthode est qu'elle permet de distinguer les différentes formes de cristallisation d'un même composé. Elle est basée sur la loi de Bragg : $2d \sin\theta = n\lambda$

Avec :

- **d** : distance inter-réticulaire (distance entre deux plans cristallographiques).
- **θ** : angle d'incidence des rayons X.
- **n** : ordres de réflexion.
- **λ** : longueur d'onde des rayons X.

C'est le montage le plus courant. L'échantillon se présente comme une plaquette ; cela peut être effectivement une plaquette solide, ou bien une coupelle remplie de poudre avec un niveau bien plan.

Dans la configuration dite « θ - θ », l'échantillon est horizontal et immobile, le tube et le détecteur de rayon X bougent symétriquement. Si 2θ est la déviation du faisceau, l'angle entre l'horizontale et le tube vaut donc θ de même que l'angle entre l'horizontale et le détecteur, d'où le nom du montage [19].

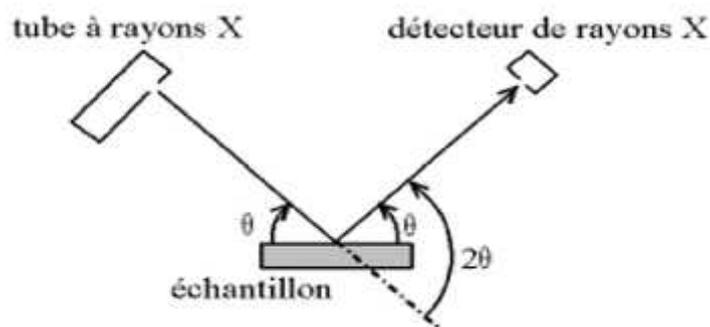


Figure 21: Définition des angles dans le montage Bragg-Brentano [19].

On prépare l'échantillon sous forme de poudre aplanie dans une coupelle, ou bien sous la forme d'une plaquette solide plate. On envoie des rayons X sur cet échantillon, et un détecteur fait le tour de l'échantillon pour mesurer l'intensité des rayons X selon la direction. Pour des raisons pratiques, on fait tourner l'échantillon en même temps, ou éventuellement on fait tourner le tube produisant les rayons X.

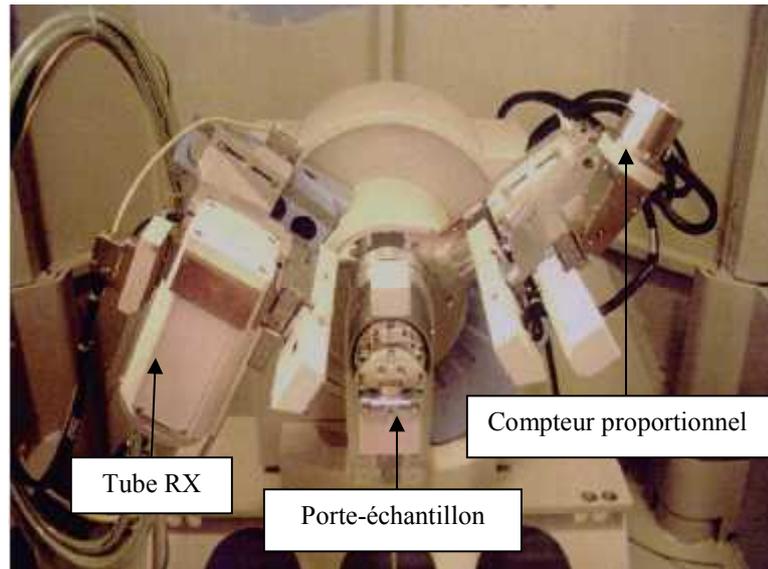


Figure 22: Exemple de diffractomètre de laboratoire

Le traitement des diffractogrammes ou spectres ont été effectué à l'aide d'un logiciel basé sur les fiches d'une base de données faisant correspondre les distances inter réticulaires d aux angles 2θ . La position des pics de la diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon.

Tableau 1: Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate.

Numéro Du minerai	Nom	Formule chimique	Référence
1	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	00-009-0432
2	Carbonate- hydroxylapatite	$\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Na}, \text{H}_3)_5(\text{P}, \text{C})_3\text{O}_{12}(\text{OH}, \text{F}, \text{Cl})$	00-015-0100
3	Dolomite	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	00-011-0078
4	Carbonate-fluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1.5}(\text{OH})_{0.5}$	00-021-0141
5	Fluorapatite	$\text{Ca}_5\text{F}(\text{PO}_4)_3$	00-015-0876
6	Quartz	SiO_2	00-046-1045
7	Magnesite	MgCO_3	00-008-0479
8	Calcite	CaCO_3	00-005-0586
9	Montmorillonite	$\text{AlSi}_2\text{O}_6(\text{OH})_2$	00-002-0037

Name and formula

Reference code: 00-011-0078
Mineral name: Dolomite
PDF index name: Calcium Magnesium Carbonate
Empirical formula: C_2CaMgO_6
Chemical formula: $CaMg (CO_3)_2$

Crystallographic parameters

Crystal system: Rhombohedral
Space group: R-3
Space group number: 148
a (Å): 4,8112
b (Å): 4,8112
c (Å): 16,0200
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 120,0000
Calculated density (g/cm³): 2,86
Measured density (g/cm³): 2,86
Volume of cell (10⁶ pm³): 321,14
Z: 3,00
RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Mineral
Common Phase
Forensic
Pigment/Dye
Quality: Star (S)

Comments

Deleted by: Deleted by 36-426.
Color: Colorless, white
Sample source: Specimen from Haley, Ross Township, Ontario, Canada.
Analysis: Analysis (wt.%): SiO₂ 0.12, FeO 0.22, MgO 21.12, CaO 31.27, CO₂ 47.22, H₂O 0.02.
Optical data: B=1.680, Q=1.503, Sign=-
Additional diffraction line(s): Plus 7 lines to 0.821.

References

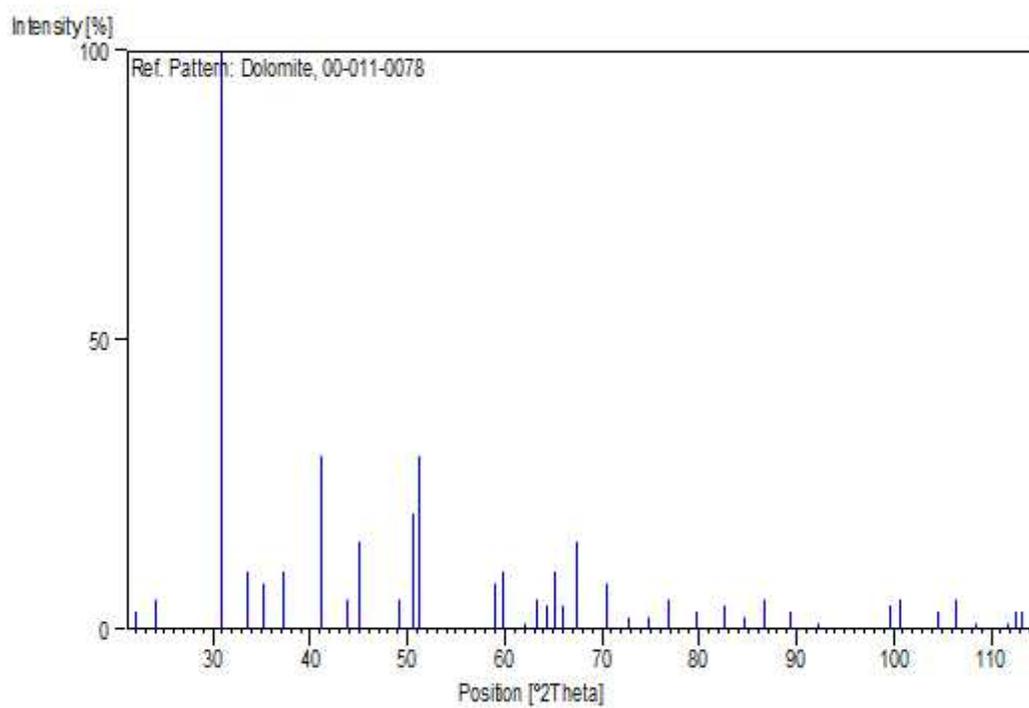
Primary reference:

Howie, Broadhurst., *Am. Mineral.*, **43**, 1210, (1958)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	1	4,03000	22,039	3,0
2	0	1	2	3,69000	24,099	5,0
3	1	0	4	2,88600	30,961	100,0
4	0	0	6	2,67000	33,537	10,0
5	0	1	5	2,54000	35,308	8,0
6	1	1	0	2,40500	37,361	10,0
7	1	1	3	2,19200	41,148	30,0
8	0	2	1	2,06600	43,782	5,0
9	2	0	2	2,01500	44,950	15,0
10	0	2	4	1,84800	49,269	5,0
11	0	1	8	1,80400	50,554	20,0
12	1	1	6	1,78600	51,100	30,0
13	0	0	9	1,78100	51,254	30,0
14	2	1	1	1,56700	58,888	8,0
15	1	2	2	1,54500	59,812	10,0
16	1	0	10	1,49600	61,982	1,0
17	2	1	4	1,46500	63,445	5,0
18	2	0	8	1,44500	64,428	4,0
19	1	1	9	1,43100	65,135	10,0
20	1	2	5	1,41300	66,070	4,0
21	3	0	0	1,38900	67,362	15,0
22	0	0	12	1,33500	70,480	8,0
23	2	1	7	1,29700	72,870	2,0
24	0	2	10	1,26900	74,748	2,0
25	1	2	8	1,23800	76,956	5,0
26	2	2	0	1,20200	79,710	3,0
27	1	1	12	1,16800	82,524	4,0
28	3	1	2	1,14400	84,651	2,0
29	2	1	10	1,12300	86,618	5,0
30	2	2	6	1,09600	89,309	3,0
31	0	0	15	1,06800	92,316	1,0
32	4	0	4	1,00800	99,669	4,0
33	3	1	8	1,00100	100,623	5,0
34	1	0	16	0,97300	104,685	3,0
35	3	0	12	0,96200	106,399	5,0
36	2	3	2	0,94900	108,524	1,0
37	3	2	4	0,93000	111,845	1,0
38	1	2	14	0,92600	112,580	3,0
39	0	4	8	0,92300	113,140	3,0

Stick Pattern



Name and formula

Reference code: 00-009-0432

Mineral name: Hydroxylapatite, syn
PDF index name: Calcium Phosphate Hydroxide

Empirical formula: $\text{Ca}_5\text{HO}_{13}\text{P}_3$
Chemical formula: $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal
Space group: P63/m
Space group number: 176

a (Å): 9,4180
b (Å): 9,4180
c (Å): 6,8840
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 120,0000

Calculated density (g/cm³): 3,16
Measured density (g/cm³): 3,08
Volume of cell (10⁶ pm³): 528,80
Z: 2,00

RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Mineral
Common Phase

Quality: Indexed (I)

Comments

Color: Green, bluish green, yellow-green, grayish green, violet, violet-blue, violet, colorless, light greenish white, gray, brown, pinkish red, pinkish-red, blue

General comments: I/I_1 are peak values from a pattern which shows slight broadening of prism reflections.
Validated by calculated data 24-33.

Sample source: Sample obtained following the procedure indicated by Hodge et al., *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.*, **10** 156 (1938).

Optical data: B=1.651, Q=1.644, Sign=-

Additional pattern: To replace 34-10.

References

Primary reference:

de Wolff, P., Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands.,
ICDD Grant-in-Aid

Optical data:

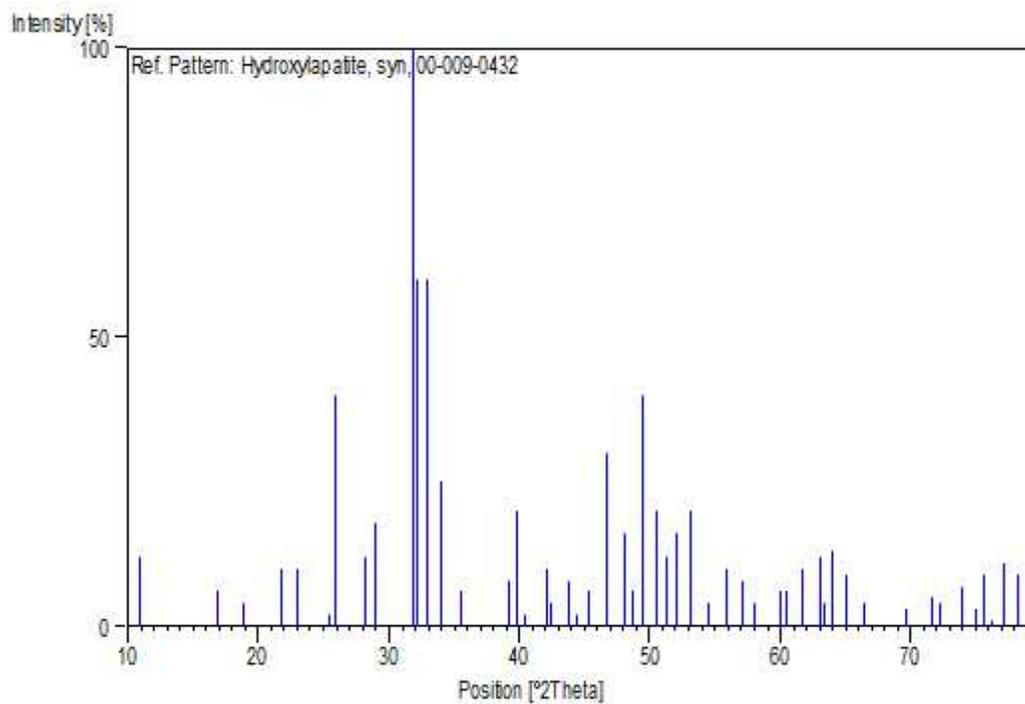
Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II, 879

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	8,17000	10,820	12,0
2	1	0	1	5,26000	16,842	6,0
3	1	1	0	4,72000	18,785	4,0
4	2	0	0	4,07000	21,820	10,0
5	1	1	1	3,88000	22,902	10,0
6	2	0	1	3,51000	25,354	2,0
7	0	0	2	3,44000	25,879	40,0
8	1	0	2	3,17000	28,127	12,0
9	2	1	0	3,08000	28,967	18,0
10	2	1	1	2,81400	31,774	100,0
11	1	1	2	2,77800	32,197	60,0
12	3	0	0	2,72000	32,902	60,0
13	2	0	2	2,63100	34,049	25,0
14	3	0	1	2,52800	35,481	6,0
15	2	1	2	2,29600	39,205	8,0
16	3	1	0	2,26200	39,819	20,0
17	2	2	1	2,22800	40,453	2,0
18	3	1	1	2,14800	42,030	10,0
19	3	0	2	2,13400	42,319	4,0
20	1	1	3	2,06500	43,805	8,0
21	4	0	0	2,04000	44,370	2,0
22	2	0	3	2,00000	45,306	6,0
23	2	2	2	1,94300	46,713	30,0
24	3	1	2	1,89000	48,104	16,0
25	3	2	0	1,87100	48,624	6,0
26	2	1	3	1,84100	49,469	40,0
27	3	2	1	1,80600	50,494	20,0
28	4	1	0	1,78000	51,285	12,0
29	4	0	2	1,75400	52,102	16,0
30	0	0	4	1,72200	53,145	20,0
31	1	0	4	1,68400	54,442	4,0
32	3	2	2	1,64400	55,881	10,0
33	3	1	3	1,61100	57,129	8,0
34	5	0	1	1,58700	58,075	4,0
35	4	2	0	1,54200	59,940	6,0
36	3	3	1	1,53000	60,459	6,0
37	2	1	4	1,50300	61,662	10,0
38	5	0	2	1,47400	63,013	12,0
39	5	1	0	1,46500	63,445	4,0
40	3	0	4	1,45200	64,080	13,0
41	5	1	1	1,43300	65,033	9,0
42	4	2	2	1,40700	66,388	4,0
43	5	1	2	1,34800	69,701	3,0
44	4	3	1	1,31600	71,653	5,0
45	5	2	0	1,30600	72,288	4,0
46	4	2	3	1,28000	73,997	7,0
47	3	2	4	1,26500	75,025	3,0
48	2	1	5	1,25700	75,586	9,0
49	4	3	2	1,24900	76,156	1,0
50	5	1	3	1,23500	77,177	11,0

51 5 2 2 1,22100 78,230 9,0

Stick Pattern



Résumé

L'Algérie avec les gisement de Djebel Onk dispose des réserves importantes en phosphates, notre étude inscrite au laboratoire de technologie des matériaux et réaliser à la mine de Djebel Onk consiste à étudier l'influence du broyage sur les caractéristiques chimiques et minéralogiques du minerai de phosphate de gisement de Djebel Onk.

La réalisation de cette étude à nécessite l'utilisation de trois procédés principaux (mécanique : par broyage, minéralogique : analyse par DRX et par MEB et chimique) permettant d'évaluer les caractéristiques chimique et minéralogiques avant et après broyage (les phases cristallines, les paramètres de la maille élémentaire, la densité des cristaux).

Mots clés : Minerai de phosphate, Granulométrie, Tamisage, Broyage, Temps de broyage, Composition minéralogique et chimique, Caractérisation.

Abstract

Algeria with deposit of refreshed Djebel Onk of important in phosphate, our study registered in the laboratory of technology of materials and to accomplish in the mine of Djebel Onk consists has study the influence of grinding on the chemical and mineralogical characteristics of the or of phosphate of deposit of Djebel Onk.

The realization of this study in require the use of tree mains techniques (mechanics: by grinding, mineralogical analyses: by DRX and by MEB and chemical) allowing to assess characteristics chemical and mineralogical before and after grinding (crystalline stages, parameters of the elementary stitch, the density of crystals).

Password: Ore of phosphate, Granulometry, sieving, grinding, Time of grinding, Composition mineralogical and chemical, Characterization.