

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique



جامعة بجاية  
Tasdawit n Bgayet  
Université de Béjaïa

Université Abderrahmane Mira de Bejaia



Faculté de Technologie  
Département des Mines et de Géologie

# Mémoire

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

**MASTER en Mines et Géologie**

Option : Valorisation des ressources minérales

## THEME

***LES DIFFERENTS TYPES DE BROYEURS ET LEUR INFLUENCE  
SUR LA QUALITE DE PHOSPHATE  
(Cas de djbel onk)***

Présentée par :

**IDIR NOUARI**

**MAMACHE YACINE**

**DEVANT LES JURY**

**Mme. T.TAHRI**

**MAB**

**ENCADREUR**

**Mme. N. BOUZIDI**

**MCA**

**PRÉSIDENTE**

**Mr. S.BOUABDALLAH**

**MCB**

**EXAMINATEUR**

**2019/2020**

## ***Remerciements***

*Tout d'abord nous tenons à manifester notre louage à Dieu qui nous a donné la force et la patience*

*Pour réaliser ce modeste travail.*

*Nous tenons à exprimer toute notre gratitude et nos remerciements*

*À M<sup>elle</sup> Tahri tourkia pour son encadrement, pour la confiance qu'elle nous a témoignée, sa disponibilité permanente et sa patience, et ses orientations*

*Qui nous ont permis de mener à bien ce travail.*

*Nous remercions également tous les enseignants, l'équipe de travail de l'association pour ses conseils, son encouragement et son aide durant toute la période de notre travail.*

*Ainsi que nous adressons nos vifs remerciements à l'ensemble des membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant d'examiner et de juger ce travail.*

*Nous tenons à exprimer nos reconnaissances les plus sincères à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la concrétisation de ce travail chacun à sa façon.*

*Nous remercions autant tous nos amies*

## ***Je dédie ce Travail:***

*A mes parents, à toute ma famille quoique je fasse je ne pourrai estimer leur valeur. Celle qui ma ouvert les yeux sur ce monde, pour son affection, son soutien indéfectible, celle qui a souffert et qui Souffre toujours pour me donner le souffle de la continuité **\*Chère Maman\*** et celle qui m'a inspiré le sens du sacrifice et de patience.*

*A mon **\*cher Papa\***, l'enseignant, le maitre, qui m'a appris l'alphabet rebi yrehmou*

*De la vertu et qui a sans cesse contribuer à parfaire ma formation.*

*A mon cher oncle et sa femme ; DADA et IMMA*

*A mes sœurs : Katiba, Nouria*

*À Mon cher frère : Omar*

*Et a tout la famille IDIR et BABOURI*

*A toute et tous mes amis surtout ZAKI, défunt fateh, yasmine et Selma*

## ***Je dédie ce Travail:***

*A mes parents, à toute ma famille quoique je fasse je ne pourrai estimer leur valeur. Celle qui ma ouvert les yeux sur ce monde, pour son affection, son soutien indéfectible, celle qui a souffert et qui souffre toujours pour me donner le souffle de la continuité **\*Chère Maman\*** et celle qui m'a inspiré le sens du sacrifice et de patience.*

*A mon **\*cher Papa\***, l'enseignant, le maitre, qui m'a appris l'alphabet de la vertu et qui a sans cesse contribuer à parfaire ma formation.*

*A mon grand père REDOUAN rabi yarhmou*

*A ma chère grand-mère*

*A' mon frères : nadjim*

*A mes sœurs : Souad, kahina*

***MA NIECE** : maylis*

*À toute ma famille*

*A toute et tous mes amis surtout HANA,*

*ZAKI ,ZAZOU,HANINE, LAID, YOUCEF,YASMINE et SELMA*

## Liste des abréviations et notations

**BRGM** : Bureau de Recherches Géologiques et Minières

**BPL**: Bone Phosphate of Lime

**DAP**: Diammonium Phosphate

**DRX**: Diffraction des Rayons X

**EREM** : Entreprise de Recherche Minière.

**IR** : La spectrométrie infrarouge,

**FERPHOS** : société Des Mines Des Phosphates

**MAP**: Monoammonium Phosphate.

**MEB**: Microscopie Electronique à Balayage

**Mt** : Millions de tonnes

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

**PNAD**: Direct Application Phosphate Rock

**TPL**: Triphosphate of Lime

**TSP**: Triple Superphosphate

**TSV**: Turbo-séparateur ventilé

**SSP**: Superphosphate simple

**SONAREM** : Société Nationale de Recherches et d'Exploitation des Ressources Minières

## Liste des figures

<b>Fig. 1.</b> Localisation des principaux types de gisements de phosphates dans le monde (Zapata et Roy, 2004).....	4
<b>Fig. 2.</b> Projection sur le plan de base de la maille hexagonale de l'apatite $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ (D'après Bertholus et Defranceschi, 2004).....	8
<b>Fig. 3.</b> Environnement des atomes de calcium des sites de type I dans une fluorapatite non substituée (D'après Bertholus et Defranceschi, 2004).....	8
<b>Fig. 4.</b> Environnement des atomes de calcium des sites de type II dans une fluorapatite non substituée (D'après Bertholus et Defranceschi, 2004).....	8
<b>Fig. 5.</b> Position des atomes de fluor dans la fluorapatite (D'après Bertholus et Defrancheschi, 2004).....	9
<b>Fig. 6.</b> Situation géographique et géologique des gisements de Djebel Onk (Dassamior, 2006).....	20
<b>Fig. 7</b> Colonne lithologique du sondage SPH-21 .....	24
<b>Fig. 8.</b> Schéma technologique de la préparation mécanique utilisé dans le complexe Djebel Onk (Abouzeid, 2008).....	29
<b>Fig. 9.</b> Schéma technologique de la voie humide (Atelier débouillage) (Abouzeid, 2008)....	31
<b>Fig. 10.</b> Schéma technologique de la calcination (Abouzeid, 2008).....	33
<b>Fig. 11.</b> Schéma technologique de l'atelier de dépoussiérage (0.1-1mm) (66/68TPL)%.....	37
<b>Fig. 12.</b> Contacte entre les trois sous couches du minerai de phosphate .....	39
<b>Fig. 13.</b> Sériés des échantillons prélevés .....	40
<b>Fig. 14.</b> Réalisation des tranches .....	40
<b>Fig. 15.</b> Imprégnation des échantillons de phosphate au vernis incolore .....	40
<b>Fig. 16.</b> Une cuve à ultrason.....	41
<b>Fig. 17.</b> Collage du verre sur le sucre .....	42
<b>Fig. 18.</b> Réglage du micromètre .....	42
<b>Fig. 19.</b> Appareillage MEB utilisé pour les observations microscopiques des échantillons...	44
<b>Fig. 20.</b> Schéma Auto analyseur .....	45
<b>Fig. 21.</b> Schéma de principe de Spectrophotométrie d'absorption atomique .....	46
<b>Fig. 22.</b> Contrainte = f (déformations).....	51
<b>Fig. 23.</b> Mode de fragmentation.....	53
<b>Fig. 24.</b> Echelle de dureté de Mohs .....	54
<b>Fig. 25.</b> Teneurs des éléments majeurs ( $\text{P}_2\text{O}_5$ et MgO) dans les trois sous couches .....	58
<b>Fig. 26</b> Granulométrie par tamisage du phosphate brut de la couche sommitale.....	59
<b>Fig. 27.</b> Granulométrie par tamisage du phosphate brut de la couche principale.....	59
<b>Fig. 28.</b> Granulométrie par tamisage du phosphate brut de la couche basale .....	59
<b>Fig. 29.</b> Variation du rendement pondéral en fonction des classes granulométriques obtenues par tamisage du phosphate brut de la couche sommitale.....	60
<b>Fig. 30.</b> Variation du rendement pondéral en fonction des classes granulométriques obtenues par tamisage du phosphate brut de la couche principale .....	60

<b>Fig. 31.</b> Variation du rendement pondéral en fonction des classes granulométriques obtenues par tamisage du phosphate brut de la couche basale .....	60
<b>Fig. 32.</b> Diffractogramme RX du phosphate brut de la couche sommitale .....	62
<b>Fig. 33.</b> Diffractogrammes RX des phosphates issus des fractions fines et grossières de la couche sommitale.....	62
<b>Fig. 34.</b> Diffractogramme RX du phosphate brut de la couche principale .....	63
<b>Fig. 35.</b> Diffractogrammes RX des phosphates issus des fractions fines et grossières de la couche principale.....	63
<b>Fig. 36.</b> Diffractogramme RX du phosphate brut de la couche basale .....	64
<b>Fig. 37.</b> Diffractogrammes RX des phosphates issus des fractions fines et grossières de la couche basale.....	64
<b>Fig. 38.</b> Les rendements pondéraux et les éléments majeurs ( $P_2O_5$ et $MgO$ ) du Tout venant, produit concassé (0,100-0,315 mm) et produit broyé et criblé (0,100-0,315 mm) issu de la couche sommitale.....	66
<b>Fig 39</b> Les rendements pondéraux et les éléments majeurs ( $P_2O_5$ et $MgO$ ) du Tout venant, produit concassé (0,100-0,315 mm) et produit broyé et criblé (0,100-0,315 mm) issu de la couche principale.....	67
<b>Fig 40</b> Les rendements pondéraux et les éléments majeurs ( $P_2O_5$ et $MgO$ ) du Tout venant, produit concassé (0,100-0,315mm) et produit broyé et criblé (0,100-0,315mm) issu de la couche principale .....	68
<b>Fig 41</b> Agglomérats de fractions du minerai de phosphate brut .....	69
<b>Fig.42.</b> Aspect microscopique en microscopie optique du minerai de phosphate de la couche principale.....	69
<b>Fig. 43.</b> Micrographies au MEB du phosphate brut de l'échantillon de la couche principale.....	70
<b>Fig. 44.</b> Analyses EDX du minerai de phosphate brut de la couche principale .....	70
<b>Fig. 45.</b> Le produit broyé et lavé sur la loupe binoculaire de la fraction granulométrique 0,100-0,315 mm du phosphate de la couche principale .....	70

## Liste des tableaux

<b>Tableau. 1:</b> Exemples de substitutions des structures apatitiques(Banu 2005).....	6
<b>Tableau. 2 :</b> Classification des phosphates (Yuaming et al, 2002).....	10
<b>Tableau. 3 :</b> Production et réserves mondiales des phosphates naturels en 2018.....	15
<b>Tableau. 4:</b> Récapitulatif des réserves du gisement par catégorie.....	28
<b>Tableau. 5:</b> Granulométrie par tamisage et analyses chimiques ( $P_2O_5$ ) par classes granulométriques du phosphate issu de la couche sommitale.....	57
<b>Tableau. 6 :</b> Granulométrie par tamisage et analyses chimiques ( $P_2O_5$ ) par classes granulométriques du phosphate issu de la couche principale.....	57
<b>Tableau.7 :</b> Granulométrie par tamisage et analyses chimiques ( $P_2O_5$ ) par classes granulométriques du phosphate issu de la couche basale.....	57
<b>Tableau.8:</b> Analyses chimiques des minerais brut des trois sous couches (SGA en Allemagne).....	58
<b>Tableau.9:</b> Résultats de broyage de la couche sommitale par les deux broyeur à marteau et à barre pour la tranche 0.100-0.315 .....	65
<b>Tableau.10</b> Résultats de broyage de la couche principale par les deux broyeur à marteau et à barre pour la tranche 0.100-0.315 mm.....	66
<b>Tableau.11:</b> Résultats de broyage de la couche basale par les deux broyeur à marteau et à barre pour la tranche 0.100-0.315 mm.....	67



# SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
----------------------------	---

## CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES PHOSPHATES

I. 1. ORIGINE DES PHOSPHATES NATURELS.....	2
I. 1. 1. Origine Ignée.....	2
I. 1. 2. Origine sédimentaire.....	3
I. 1. 3. Origine guano.....	3
I. 2. PRINCIPALES CARACTERISTIQUES DES PHOSPHATES NATURELS.....	5
I. 2. 1. Chimie des phosphates.....	5
I. 2. 2. Pétrographie des phosphates naturels.....	9
I. 2. 3. Morphologie des phosphates.....	10
I. 3. ENRICHISSEMENT DES PHOSPHATES NATURELS.....	10
I. 3. 1. Enrichissement par flottation.....	11
I. 3. 2. Enrichissement par calcination.....	13
I. 4. RESERVES ET PRODUCTION MONDIALES DES PHOSPHATES.....	15
I. 5. DOMAINES D'UTILISATION DES PHOSPHATES.....	16

## CHAPITRE II : APERÇU SUR LES PHOSPHATE DE DJEBEL ONK

II. 1. HISTORIQUE .....	17
II. 2. GEOLOGIE REGIONALE.....	19
II. 3. STRATIGRAPHIE DU GISEMENT DE BLED EL HADBA .....	21
II. 4. . CARACTERISTIQUES CHIMIQUES ET PETROGRAPHIQUES .....	25
II. 5. RESERVES DE PHOSPHATE DE BLED EL HADBA.....	27
II. 6. METHODES DE TRAITEMENT ET D'ENRICHISSEMENT.....	28
II. 6. 1. Préparation mécanique.....	28
II. 7. PROCEDES DE TRAITEMENT.....	30
II. 7. 1. Traitement par voie humide.....	30
II. 7. 2. Traitement par voie sèche.....	35
II. 8. CONCLUSION .....	37

## CHAPITRE III : ETUDE D'ECHANTILLONNAGE ET METHODES

### D'ANALYSE

III.1.METHODE DE PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS .....	38
III. 2. CONSERVATION ET PREPARATION DES ECHANTILLONS SUIVANT LES MODES D'ANALYSE.....	39
III. 2. 1 METHODOLOGIE DE LA REALISATION DES LAMES MINCES .....	39
III. 2. 2. PREPARATION MECANIQUE .....	43
III. 3. CONSERVATION ET PREPARATION DES ECHANTILLONS SUIVANT LES MODES D'ANALYSE.....	43
III. 3. 1. ANALYSES MINERALOGIQUE .....	43
III. 3. 2. ANALYSES CHIMIQUES .....	45
III. 4. CONCLUSION .....	47

## CHAPITRE IV : ETUDE COMPARATIVE DES DIFFERENTS TYPES DE BROYAGES ET LEUR INFLUENCE SUR LA QUALITE DE PHOSPHATE, CAS DE DJEBEL ONK

IV. 1. GENERALITE SUR LE BROYAGE.....	51
IV. 1. 1 Fracture et mécanismes de rupture des matériaux .....	52
IV. 1. 1. 1 Physique de la fracture.....	52
IV. 1. 1. 2 Modes de fragmentation.....	52
IV. 1. 1. 3 Mécanisme de fragmentation .....	53
IV. 1. 2. Caractéristiques des matériaux à broyer.....	54
IV. 1. 2. 1. Dureté.....	54
IV. 1. 2. 2. Abrasivité.....	55
IV. 1. 2. 3. Adhésivité.....	55
IV. 1. 2. 4. Forme.....	55
IV. 1. 2. 5. Distribution de taille.....	55
IV. 1. 2. 6. Les indices de mesure de ces propriétés (de Lubac, 1996).....	55

IV. 2. LA CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES ECHANTILLONS ....	56
IV. 2. 1 Analyses granulo-chimique .....	56
IV. 2. 2. Analyses minéralogiques par DRX.....	61
IV. 3. BROYAGE D'ECHANTILLON .....	65
IV. 3. 1. Préparation des échantillons.....	65
IV. 3. 1. 1 Couche sommitale.....	65
IV. 3. 1. 2 Couche principale.....	66
IV. 3. 1. 3 Couche basale.....	67
IV. 4. OBSERVATION MICROSCOPIQUE.....	69
IV.5.CONCLUSION.....	71
CONCLUSION GENERALE.....	72
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	73

# INTRODUCTION GENERALE

## INTRODUCTION GENERALE

Les recherches actuelles dans le domaine de la minéralurgie des phosphates ont pour but de trouver des procédés d'enrichissement fiables et efficaces au stade industriel, en vue d'une exploitation rationnelle de ce matériau. Ainsi, la connaissance intime des composants de ces minerais est nécessaire pour orienter les choix de traitement de valorisation et comprendre les processus de réaction. Le développement des méthodes expérimentales à l'échelle laboratoire, pilote et industriel permet de réaliser de nombreuses expériences venant en appui des travaux théoriques sur l'enrichissement du minerai de phosphate.

Ainsi, le développement des procédés efficaces à l'enrichissement est indispensable, en vue de valoriser ces minerais qui devront être nécessairement exploités dans l'avenir pour subvenir aux besoins croissants de la fertilisation.

L'Algérie, avec les gisements de Djebel Onk dispose de réserves importantes en phosphates. Dans le cadre de notre étude, nous nous sommes intéressés à la caractérisation et valorisation du minerai de phosphate de Bled-El Hadba. Le gisement de Bled El Hadba, situé près de la frontière Algéro-Tunisienne, reste encore inexploité et s'ouvre sur une bonne voie de valorisation. Il est particulièrement caractérisé par un faisceau phosphaté d'environ 30 m d'épaisseur, comprenant la superposition de trois couches de phosphates bien différenciables par leurs teneurs en éléments phosphates et en éléments de la gangue, notamment la dolomite, considéré comme principale impureté ainsi que les éléments en traces. Il s'agit de couches sommitale, principale et basale. Les examens minéralogiques et les analyses chimiques préliminaires ont pu déterminer la nature, la granularité des minéraux et l'association aux particules phosphatées, ainsi qu'une estimation du potentiel d'enrichissement du minerai par des procédés purement physiques de séparation.

L'objectif de cette étude est de faire une comparaison entre deux types des broyeurs par sous couches de phosphates de façon à orienter et proposer un schéma de traitement le plus approprié. L'étude devrait permettre une nouvelle approche sur les plans économique et environnemental.

La réalisation de cette étude a nécessité l'utilisation de plusieurs méthodes physico-chimique d'analyses :

- La granulométrie (classement dimensionnel) par tamisage.
- La composition minéralogique par diffraction des rayons X (DRX) et par microscopies optique et électronique à balayage (MEB).
- Spectrométrie atomique (SAA) et par Calcimètre de BERNARD)

Le mémoire est composé de quatre chapitres bien distincts organisés de la manière suivante

- CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES PHOSPHATES.
- CHAPITRE II : APERÇU SUR LES PHOSPHATE DE DJEBEL ONK.
- CHAPITRE III : ETUDE D'ECHANTILLONNAGE
- CHAPITRE IV : ETUDE COMPARATIVE DES DIFFERENTS TYPES DE BROYEURS ET LEUR INFLUENCE SUR LA QUALITE DE PHOSPHATE

# *CHAPITRE I*

## *Généralités sur les phosphates*

## CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES PHOSPHATES

### Introduction :

Le Phosphate naturel est un terme général qui décrit les assemblages minéraux naturels contenant une concentration élevée de minéraux phosphatés. Ce terme se rapporte aussi bien aux minerais phosphatés non enrichis qu'aux produits concentrés.

Les gisements sédimentaires représentent environ 80 à 90% de la production mondiale [1]. Les gisements qui représentent la majeure partie de la production mondiale de phosphate naturel sont situés au Maroc, aux Etats-Unis et en Chine. La plupart des gisements sédimentaires contiennent de la fluoroapatite carbonatée appelée francolite. Les francolites ayant une importante substitution carbonatée avec le phosphate sont les plus fortement réactives et sont les plus appropriées pour une application directe comme engrais ou amendement [2].

Les gisements ignés (10 à 20% de la production mondiale) sont exploités principalement par : la Russie, le Canada, l'Afrique du Sud, le Brésil, la Finlande et le Zimbabwe. Ces gisements contiennent généralement des variétés de fluoroapatite qui sont relativement peu réactives et donc moins appropriées pour l'application directe. [ ]

Le phosphate est le composant de ces roches ayant un intérêt agronomique très important. Plus le contenu en phosphate ( $P_2O_5$ ) sous forme d'apatite est élevé, plus le potentiel économique du minerai est grand. Les facteurs qui sont importants dans la conversion chimique des phosphates en engrais (carbonates libres, fer, aluminium, magnésium et chlorure) ne sont souvent pas importants quand la roche doit être employée en application directe [3], [4].

Environ 80% de la production mondiale des phosphates proviennent des dépôts d'origine sédimentaire marine, 17% sont dérivés des roches magmatiques et de leurs produits de lessivage, et le reste vient de dépôts sédimentaires résiduels et de guano. Les ressources en phosphate en l'Afrique sont considérables en termes de quantité et de diversité, mais elles ne sont pas suffisamment exploitées [5].

### I. 1. ORIGINE DES PHOSPHATES NATURELS

Les phosphates se répartissent en trois types selon leurs origines géologiques(Figure.1): ignée, sédimentaire et guano.

#### I. 1. 1. Origine Ignée

Ces gisements, associés à des contextes à carbonatites, à roche alcalines telles que les syénites néphéliniques ou encore à des pyroxénites ou des pegmatites, sont assez largement distribuées en Afrique du Nord, en Amérique du Sud (Brésil), en Afrique du Sud et en Afrique orientale, en Inde et en Russie. Les plus importants sont ceux de la péninsule de KOLA (URSS) ou l'apatite est associée à des syénites néphéliniques, et de PALABORA en

Afrique du Sud (Tranvaal) ou l'apatite est associée à un contexte à carbonatite et pyroxénite à serpentite. Les réserves de cette dernière sont évaluées à 1,4 milliards de tonnes de concentration 35,7%  $P_2O_5$ , celle des gisements de KOLA paraissent être du même ordre de grandeur.

### **I. 1. 2. Origine sédimentaire**

Les phosphates sédimentaires sont composés principalement d'apatites, présentant une substitution isomorphe étendue dans le réseau cristallin. Ainsi, ils présentent une grande variation dans leur composition chimique et montrent en conséquence un large éventail de propriétés. Dans les dépôts sédimentaires, les principaux minéraux phosphatés sont des francolites (fluoroapatites microcristallines carbonatées), qui sont en association avec une grande variété de minéraux accessoires et d'impuretés [6]. Les roches sédimentaires sont formées par l'érosion, le transport puis le dépôt des minéraux en surface à faibles profondeurs sous de faibles températures et pression de la terre à partir de l'eau, de vent et de la glace [7]. Le plus important dépôt est en milieu aquatique dans les bassins sédimentaires [8] .

Les phosphates sédimentaires qui ont été déposés progressivement au cours des temps géologiques et qui sont faiblement consolidés, contiennent des particules microcristallines avec de grandes surfaces spécifiques et varient considérablement en termes de composition chimique et de réactivité. Ces dépôts représentent 80 pour cent de toutes les réserves du monde [9]. Ils s'étendent du nord à l'ouest et au centre de l'Afrique et sont parmi les plus appropriés pour l'application directe en agriculture [10].

D'après le BRGM 1975, les gisements sédimentaires ont une répartition stratigraphique et géographique très variée. Les principales régions productrices du monde sont, d'après les éléments statistiques de 1973 : Les Etats Unis (37 Mt environ) avec surtout les gisements de Floride, de Caroline du Nord et du Sud (Miocène et Pliocène) et des montagnes rocheuses (Permien) ; l'Afrique du Nord avec plus de 20 Mt dont 16 pour le Maroc avec ses niveaux phosphatés de l'Eocène inférieure ; la Russie (6 à 7 Mt) avec de nombreux gisements répartis surtout entre le Précambrien, le Cambrien, l'Ordovicien, le Jurassique supérieur et le crétacé, l'Afrique occidentale avec des gisements de l'Eocène moyen du Sénégal et du Togo, le Proche Orient (2 Mt) avec ses gisements du Crétacé supérieure de Jordanie et la Syrie. Signalons encore de grands gisements du Sahara Espagnol (Eocène inférieure) aux réserves supérieures à 1,5 milliard de tonnes de minerai de très bonne qualité dont la production doit atteindre très rapidement une dizaine de millions de t/an, ainsi que ceux du Miocène du Pérou (Sechura) et du Cambrien d'Australie [11].

### **I. 1. 3. Origine guano**

Ces gisements qui sont issus de la réaction de déjections d'oiseaux et, dans certains cas, de chauve-souris sur les roches réceptrices, ont une importance économique loin d'être négligeable. L'île Christmas présente ainsi des réserves supérieures à 200 Mt de minerai titrant 50 à 80 TPL (21,8 à 36,6%  $P_2O_5$ ). La production de L'île Christmas a atteint en 1973,

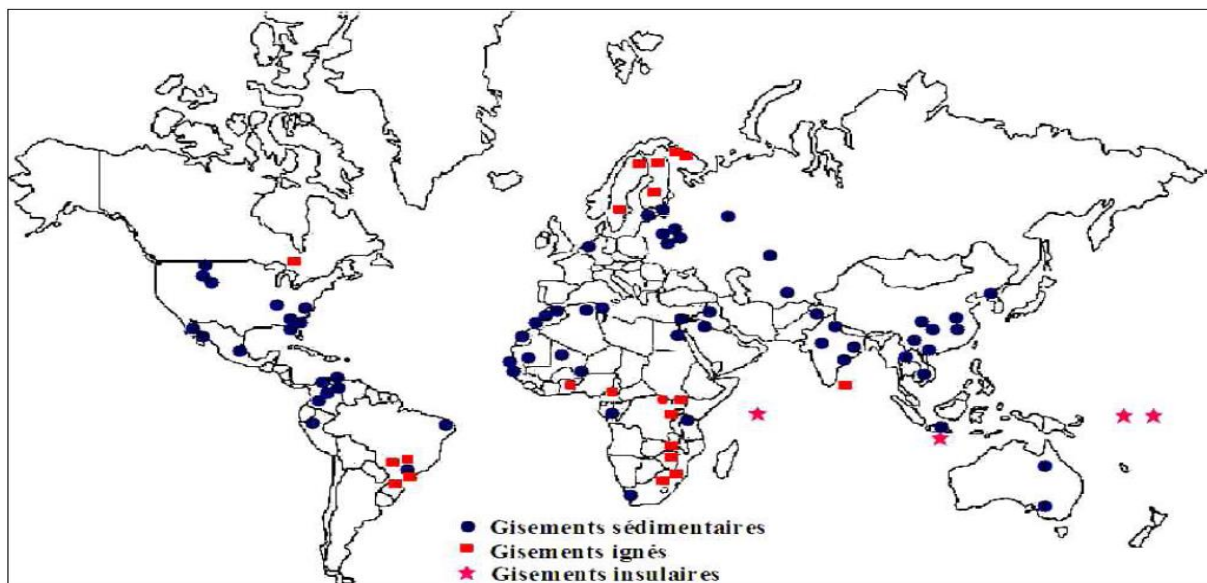
1,493 Mt de minerai à haute teneur, celle de L'île Nauru 2,323 Mt. Les autres îles du Pacifique totalisent 742000 tonnes.

Les gisements issus du guano n'ont actuellement d'intérêt que dans la mesure où la roche réceptrice est calcaire. Dans les autres cas les minéraux formés sont des phosphates de fer ou d'alumine peu exploitable actuellement [12]. Ils se trouvent en Namibie et en Madagascar [13]. Ces dépôts se sont formés récemment sur des soubassements coralliens; et présentent des particules très tendres et pratiquement équivalents au phosphate hydrosoluble. Ce type de gisement produit environ 2 à 3% de phosphates naturels [14]. Sous l'influence des pluies acides, l'acide phosphorique des excréments d'oiseaux attaque les calcaires et forme des dépôts de phosphate de calcium. Les réserves de ce type sont presque épuisées ou ne sont pas exploitées pour des raisons environnementales [9].

Il y a aussi un autre type de gisement «sous-marins »ou les nodules phosphatés sont assez largement distribués au fond des mers actuelles, essentiellement sur le plateau continental. Les accumulations principales se situent le long des côtes occidentales des continents africain (Afrique du Sud, Maroc...), américain (Californie, Chili...) et également au large du Brésil. Les réserves ont été évaluées grossièrement à 30000 Mt. de minerai à teneur commerciale de l'ordre de 30%  $P_2O_5$ .

Le phosphate est une appellation commerciale pour environ 300 phosphates de différentes qualités dans le monde [15].

La (figure 1) présente la répartition des gisements de phosphates dans le monde selon les statistiques établies par Zapata et Royen 2004:



**Fig. 1.** Localisation des principaux types de gisements de phosphates dans le monde [16].



## I. 2. PRINCIPALES CARACTERISTIQUES DES PHOSPHATES NATURELS

Les caractéristiques minéralogiques, chimiques et texturales des minerais phosphatés déterminent: leur adéquation à différents types de processus d'enrichissement, leur adaptabilité au produit chimique et leur adéquation à l'usage en tant que phosphate naturel pour une application directe (PNAD: Direct Application Phosphate Rock). Les facteurs les plus importants dans l'évaluation pour une application directe sont: la composition chimique, l'adaptation à l'enrichissement, et la réactivité de l'apatite. Une matrice complète de caractérisation basée sur l'intégration de toutes les données obtenues par diverses méthodes analytiques met en évidence le potentiel d'enrichissement et les meilleures utilisations probables pour un phosphate soit dans la production d'engrais soluble, soit comme engrais en application directe [16].

Il y a diverses méthodes pour évaluer les phosphates en vue d'une application directe. La première approche utilise des tests empiriques de solubilité des phosphates dans différentes solutions d'extraction. Les solutions les plus communes sont le citrate d'ammonium neutre, l'acide citrique à 2 % et l'acide formique à 2 % [17].

Les apatites et autres phosphates de calcium ont un intérêt considérable pour les biologistes, les minéralogistes ainsi que pour les industriels de la chimie. Les raisons principales sont d'une part, les apatites constituent les composants des dents et des os des êtres vivants et les phosphates de calcium acides sont impliqués dans les processus de calcification pathologique ou de fossilisation. D'autre part, au niveau industriel, les apatites et autres phosphates de calcium commencent à être utilisés comme matériaux biocompatibles pour les os de synthèse ou le surfacage de prothèses osseuses alors qu'ils sont déjà largement exploités pour la production d'engrais ou même comme source de phosphore dans les tubes luminescents fluorescents [18].

Toutes ces utilisations sont la conséquence de deux propriétés physicochimiques remarquables de cette famille de composés : leur faible solubilité et leur aptitude à accepter dans leur formule une grande partie des éléments de la classification périodique.

### I. 2. 1. Chimie des phosphates

La teneur en phosphate de calcium dans les roches phosphatées est exprimée par l'une des unités suivantes: BPL (bone phosphate of lime), TPL (triphosphate of lime),  $P_2O_5$  (pentoxyde de phosphore), P (phosphore). La relation entre ces derniers [19]. est:

$$80\% (\text{BPL}) = 80\% (\text{TPL}) = 36,6\% (P_2O_5) = 16\% (P)$$

Sur le plan géochimique, on rencontre les constituants majeurs :  $P_2O_5$ , MgO, CaO,  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $Na_2O$ ,  $K_2O$ , etc..... Ces éléments sont associés aux principales phases minéralogiques telles que : apatite, argiles, carbonates, silice, ...etc. [20].

De même, une gamme d'éléments en traces qui se concentre dans les phases argileuses et phosphatées à savoir :

- Ba, Cr, Cs, Cu, Ga, Mo, Nb, Ni, Pb, Rb, Sb, Sn, Sc, Sr, V, Zn et Zr (dans les argiles) ;
- Ce, Dy, Er, Gd, Ho, La, Lu, Nd, Pr, Sm, Tb, Th, Tm, U, Y, Yb et Sr (dans les apatites).

Les apatites sont de formulation générale  $Me_{10}(XO_4)_6Y_2$  [21]. Cette formule est stœchiométrique et les différents sites Me,  $XO_4$  et Y de la structure sont totalement remplis. Me représente, le plus souvent, un cation divalent,  $XO_4$  un anion moléculaire trivalent, et Y un anion monovalent.

L'apatite la plus fréquente est la fluorapatite  $[Ca_{10}(PO_4)_6F_2]$  [22]. ; [23] et [6].

Les phosphates des dépôts sédimentaires sont cryptocristallins [12]. Les minéraux correspondants sont également voisins de la fluorapatite. En effet, la structure apatite étant relativement «souple», elle peut accepter de nombreux ions en substitution sur les trois sites. Le tableau 1 permet d'illustrer une partie des différentes substitutions envisageables. Il existe deux types de substitutions possibles [24].

- Les substitutions d'ions de même charge et de tailles différentes sur les trois sites Me,  $XO_4$  et Y de la structure apatite. Ces apatites restent stœchiométriques et seule une légère déformation de la maille est observée.

- Les substitutions par des ions de charges et de tailles différentes qui nécessitent une compensation de charge pour assurer l'électro neutralité de la maille cristalline. Ces échanges d'ions se font de deux manières:

- couplée en assurant la stœchiométrie du matériau (Tableau. 1):  $(Ca^{2+}, PO_4^{3-}) - (Ln^{3+}, SiO_4^{4-})$
- création de lacunes amenant à des formulations d'apatites dites non stœchiométriques.

Cette variation de la stœchiométrie engendre une variation des propriétés physico-chimiques du matériau. C'est, par exemple, le cas de l'hydroxyapatite phosphocalcique lorsqu'elle est substituée par des groupements carbonate  $(Ca_{10-x} \cdot X (PO_4)_{6-x} (CO_3)_x (OH)_{2-x} \cdot x,$

**Tableau. 1:** Exemples de substitutions des structures apatitiques [25].

Me <sup>2+</sup>			XO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>			Y <sup>-</sup>		
Ca <sup>2+</sup>	Sr <sup>2+</sup>	Cd <sup>2+</sup>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	SiO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	AsO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	OH	F <sup>-</sup> Cl <sup>-</sup>	
Mg <sup>2+</sup>	Ba <sup>2+</sup>	Pb <sup>2+</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	MnO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	VO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	Br <sup>-</sup>	I <sup>-</sup>	
Cu <sup>2+</sup>	Zn <sup>2+</sup>		CrO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	S <sup>2-</sup>	O <sup>2-</sup>	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>
Na <sup>+</sup>	K <sup>+</sup>	Eu <sup>3+</sup>						

La substitution la plus marquée dans les apatites sédimentaires est celle de  $PO_4^{3-}$  par  $CO_3^{2-}$ . L'introduction d'ion F<sup>-</sup> supplémentaire contribue à préserver la neutralité électrique du cristal [12]. Le minéral le plus fréquent est ainsi la carbonate-fluorapatite ou francolite, dont la formule structurale simplifiée est :  $Ca_{10} [(PO_4)_{6-x} (CO_3F)_x] F_2$  et qui cristallise dans le système hexagonal. L'importance possible des substitutions par Na, Mg et OH conduit Lehr et al (1967) à proposer, pour les apatites sédimentaires, la formule structurale générale suivante :  $(Ca, Na, Mg)_{10}(PO_4)_{6-x} (CO_3)_x F_y (F, OH)$ .

Les apatites sont des composés de formule stœchiométrique suivante ::

- **Fluorapatite** ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ ): Principalement dans les roches ignées et les environnements métamorphiques, par exemple, les carbonatites et mica-pyroxénites.
- **Hydroxyapatite** ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ): Se trouve également dans les roches ignées et métamorphiques et les dépôts biogéniques.
- **Hydroxyapatite carbonaté** ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_6(\text{OH})_2$ ): Se trouve principalement dans les îles et les cavernes.
- **Francolite** ( $\text{Ca}_{10-x-y}\text{Na}_x\text{Mg}_y(\text{PO}_4)_{6-z}(\text{CO}_3)_z\text{F}_{0.4z}\text{F}_2$ ): La plupart des gisements sédimentaires contiennent des variétés de fluorapatite carbonatée qui sont regroupées sous le nom collectif de francolite [2].

La plupart des minéraux des phosphates sédimentaires font partie de la famille des apatites qui cristallisent dans le système hexagonal, dont la maille élémentaire est un prisme droit à base d'hexagone et appartiennent au groupe d'espace P63/m [26]. Les tétraèdres  $\text{XO}_4$  ( $\text{PO}_4$ ) définissent le squelette de la structure apatitique. En effet, à l'inverse des sites Me (Ca) ou Y (F), aucune lacune n'a été observée sur les sites  $\text{XO}_4$  [27].

La fluoroapatite de formule  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ , de paramètres cristallographiques  $a = 9,375 \text{ \AA}$  et  $c = 6,875 \text{ \AA}$ , est souvent prise comme référence [28]. La projection de la structure de la fluoroapatite  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$  sur le plan (001) est représentée par la (figure 2).

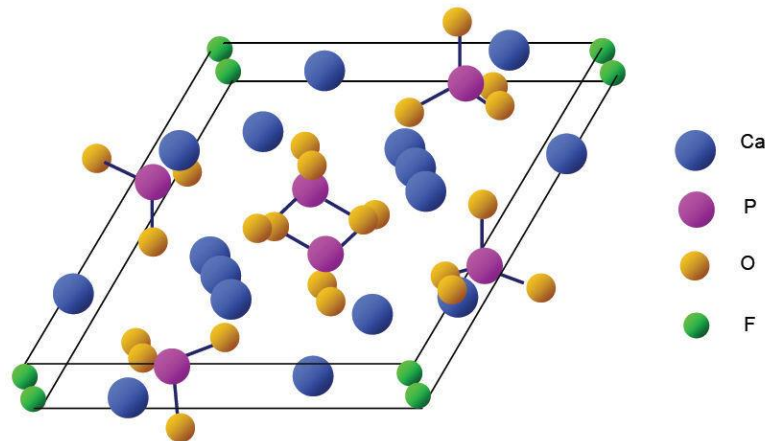
L'arrangement quasi compact des groupements  $\text{XO}_4^{3-}$  fait apparaître deux types de tunnels au sein de la maille cristalline :

- Le premier, dit de type I, est occupé par quatre cations Me notés Me(I); son diamètre est de  $2,5 \text{ \AA}$  dans le cas de la fluorapatite. Ces Me(I) sont situés sur un axe ternaire de la structure et présentent une symétrie de site  $\text{C}_3$ . Chaque cation est lui-même entouré de neuf atomes d'oxygène (Figure. 3).
- Le second tunnel (notés II), de diamètre compris entre  $3$  et  $4,5 \text{ \AA}$  dans le cas de la fluorapatite, accueille le complément des cations, soit six cations Me(II) dont les sites ont une symétrie Cs. Les cations Me(II) sont situés en périphérie du tunnel et sont organisés sous la forme de triangles équilatéraux décalés de  $60^\circ$  et placés aux côtes  $\frac{1}{4}$  et  $\frac{3}{4}$  suivant l'axe de symétrie 6 hélicoïdal (axe c de la maille hexagonale). Leur coordinence est égale à 7 : ils sont entourés de six atomes d'oxygène et d'un atome de fluor (Figure 4). Le diamètre du tunnel leur confère une certaine mobilité et autorise divers échanges [29] et [30].

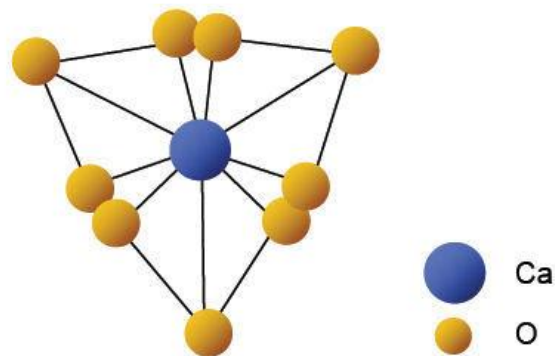
En fonction de leur nature, les anions  $\text{Y}^-$  occupent des positions diverses le long de l'axe formé par les Me(II). Ils bénéficient d'une grande mobilité. Une représentation de ce tunnel est donnée dans le cas de la fluorapatite (Figure. 4).

Les paramètres de maille rapportés dans la littérature sont assez variables, mais les plus précis conduisent à  $a=9,3684 \text{ \AA}$  et  $c=6,8841 \text{ \AA}$ , donnant un volume de maille  $V=523,25 \text{ \AA}^3$ , ce

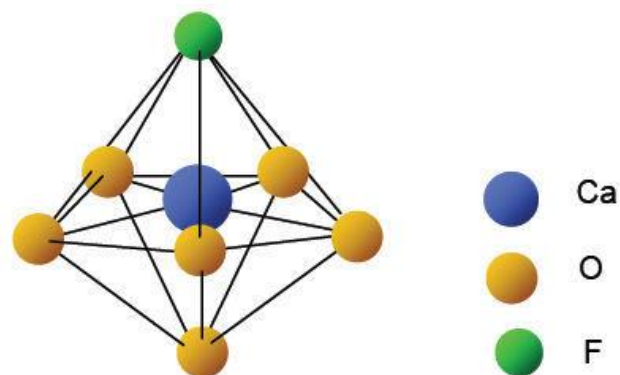
qui correspond à une densité calculée de 3,201, en bon accord avec la densité mesurée ( $d=3,15$ ).



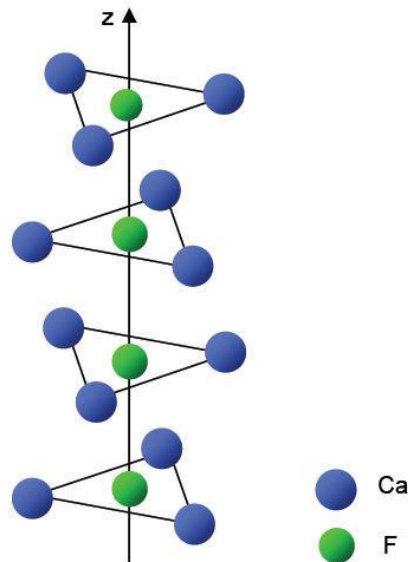
**Figure. 2.** Projection sur le plan de base de la maille hexagonale de L'apatite  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$  [18].



**Figure. 3.** Environnement des atomes de calcium des sites de type I dans une fluorapatite non substituée [18].



**Figure.4.** Environnement des atomes de calcium des sites de type II dans une fluorapatite non substituée [18].



**Figure. 5.** Position des atomes de fluor dans la fluorapatite [18].

### I. 2. 2. Pétrographie des phosphates naturels

Les phosphates sont des roches exogènes contenant une quantité plus ou moins élevée en  $P_2O_5$ . Selon la classification minéralogique internationale de 1974, il y a deux familles de phosphates. La première liée à l'apatite dite "phosphatite", qui se classe selon la présence et la taille des éléments figurés. La deuxième famille des roches est dite "phosphorites" qui se classe suivant le type de minéral, la texture, la structure, la nature de l'exogangue et surtout par sa richesse en  $P_2O_5$  qui doit être supérieure à 18 %.

Les termes « phosphorite » et « phosphatite » sont utilisés avec les significations suivantes [12].

- **Phosphorite** : C'est une roche sédimentaire composée en majorité, de minéraux phosphatés pouvant être indifféremment des phosphates de Ca, Al et de Fe.

- **Phosphatite**: C'est une roche sédimentaire composée en majorité des minéraux de la série de l'apatite.

L'utilisation de « phosphorite » comme terme le plus général pour les roches à phase phosphatée prépondérante. Le terme « phosphatite » est d'utilisation moins courante. Lorsqu'une roche sédimentaire contient 50 % de minéraux phosphatés, sa teneur en  $P_2O_5$  dépend de la nature des minéraux phosphatés présents [12].

Dans une phosphorite ou phosphatite, la phase non phosphatée est appelée traditionnellement [31]. « endogangue » lorsqu'elle est située à l'intérieur des grains, nodules ou éléments figurés phosphatés, et « exogangue » lorsqu'elle est à l'extérieur.

### I. 2. 3. Morphologie des phosphates

Pour nommer les phosphates, on prend en considération la taille et la forme des grains, en attribuant un préfixe caractéristique de leur forme et origine (intra, oo, pel, bio) qui dérivent des mots suivants : intraclaste, oolithe, bioclaste, pellet,...; plus un suffixe identifiant le composé secondaire de la roche et sa taille (rudite, arénite, ...) [32], [33].

Le tableau 2 illustre une classification des phosphates (Yuaming et al, 2002):

**Tableau. 2 :** Classification des phosphates [33].

	1 <sup>er</sup> Préfix	3 <sup>ème</sup> Préfixe	Substantif	Précisions éventuelles	Exogangue
> 10% éléments figurés	Bio	Phospha	Rudite(0>2 $\mu$ m)	Bioclastique	✓ Argileuse ✓ Marneuse ✓ Calciteuse ✓ Dolomitique ✓ Silicifié, etc.
	Intra		Arénite (2>0>63 $\mu$ m)	Oolithique	
	Pel		Lutite (0>63 $\mu$ m)	Coprolithique	
< 10 %	Pel ; Bio	Microphosphatite (<10 $\mu$ m) ;		Bioclastes	
				Coprolithes Intraclastes	

### I.3.ENRICHISSEMENT DES PHOSPHATES NATURELS

Pour que les minerais de phosphates soient aptes à une utilisation dans l'industrie des engrais et pour la production d'acide phosphorique, un traitement doit être appliqué. Ce, dernier, a pour but de les enrichir en  $P_2O_5$  et d'éliminer la gangue et certains éléments nuisibles tels que les carbonates, les métaux lourds et les matières organiques [32]. Les minerais de phosphates sont rarement suffisamment réactifs pour être utilisés en application directe sur les sols [34] et [7]. Le terme "traitement ou enrichissement de minerai" recouvre plusieurs opérations simples ou complexes que peut subir le minerai de phosphate pour devenir un produit commercial et utilisable dans les secteurs appropriés [34]. Le procédé d'enrichissement choisi doit être le moins onéreux possible, il a pour objectif de concentrer les éléments phosphatés et de libérer les constituants minéraux puis séparer au maximum les impuretés libres par un traitement physique soit par voie sèche (attrition et classification granulométrique) ou par voie humide (minerai argileux : débouillage et classification granulométrique). En outre, une étape de flottation est essentielle pour éliminer le quartz et les autres minéraux silicatés présents dans l'exogangue. De plus, la gangue carbonatée est soustraite par calcination en volatilisant aussi les matières organiques [7].

Pour chaque cas concret, un schéma technologique est élaboré en tenant compte des particularités du minerai traité. Les minerais de phosphate sont enrichis selon plusieurs schémas dont on cite particulièrement : flottation et calcination.

Bien que la flottation soit la méthode la plus répandue pour l'enrichissement de ce minerai, elle présente plusieurs complications vu les flottabilités proches du phosphate, de la calcite et de la dolomie. La préparation sélective des minerais indiqués devient encore plus difficile par la dissémination fine et la présence des schlamms. Les résultats de nombreuses études faites dans différents pays du monde montre qu'il ya trois types de schémas généraux utilisés d'après certaines caractéristiques des minerais de phosphate.

### I. 3. 1. Enrichissement par flottation

De nombreux procédés de séparation phosphate et carbonate par flottation à partir de minerai sédimentaire ont vu le jour depuis des dizaines d'années [35]. Ces procédés dépendent des caractéristiques minéralogiques et texturales des minerais sédimentaires qui sont très variables et défavorables pour une bonne sélectivité et une basse consommation des réactifs de flottation, notamment les déprimants acides de l'apatite et les collecteurs [36].

Avant de procéder à la flottation d'un minerai, il est nécessaire de libérer les constituants, et pour atteindre la dimension de libération des substances utiles, on utilise le procédé de concassage, de broyage, de tamisage ...etc.

**a. Principe physico-chimique :** On peut décrire la technique de la flottation de la manière suivante : Le minerai finement pulvérisé est mis en suspension dans l'eau, la pulpe ainsi obtenue est traitée avec certains réactifs chimiques, appelés collecteurs (surfactants), dont le rôle est de rendre hydrophobe la surface des substances solides .La pulpe est ainsi introduite dans la cellule de flottation qui n'est autre qu'un réacteur muni d'un agitateur à travers lequel passe l'air de bas vers le haut. La dimension des bulles d'air est contrôlée par l'agitation, la présence d'un agent surfactant à l'interface liquide-gaz appelé moussant permet au minerai flotté de rester à la surface de la cellule. Les bulles d'air se fixent sur les particules solides dont la surface est hydrophobe, et sous la poussée d'Archimède résultante, l'ensemble particules-bulles d'air flotte à la surface du réacteur.

Suivant la quantité et le type des moussants utilisés, on peut former une écume dynamiquement stable à la surface de la cellule ou se rassemblent les particules flottées. L'écume ainsi enrichie en phase solide, est dédagée et constitue les concentrés de flottation, et la gangue est récupérée au fond de la cellule (flottation directe).

**b. Réactifs de flottation:** Pour réaliser le phénomène de flottation il est nécessaire d'ajouter à la pulpe deux réactifs au moins, appartenant chacun aux familles des collecteurs et des moussants.

- *Les collecteurs* : sont des substances organiques qui se fixent sur la surface de certains minéraux et les rendent moins hydrophiles [37], [36]. Leurs propriétés sont :
  - Une solubilité relative assez élevé qui dépend de la longueur des chaines alkyles ;
  - Un pouvoir de réduction ;
  - Une acidité relativement faible et une décomposition facile en solution aqueuse ;

- Ces produits donnent aussi des sels peu solubles avec la majeure partie des métaux de transition, et possèdent des groupements polaires suffisamment réactifs pour fixer un minerai au sein de l'eau.

En général, le procédé par lequel le collecteur est fixé à la surface du minerai est le phénomène d'adsorption. Le collecteur adsorbé à la surface du minerai, forme une couche hydrophobe, ce qui donne à ces minerais la capacité d'adhérer aux bulles d'air et de monter à la surface sous forme de masse minéralisée.

- *Les moussants* : sont des tensioactifs, qui diminuent la tension superficielle de l'eau et favorisent la formation d'une mousse dans laquelle sont retenues les grains flottés. Le choix du moussant est restreint car s'il possède des propriétés détersives, il peut exister un antagonisme entre ce dernier et le collecteur. On utilise généralement des huiles de goudron, de pin en particulier comme moussant. Le moussant, intervient à l'interface liquide/gaz. Il a trois fonctions essentielles [38] :

- Créer des interfaces liquide-gaz importantes ;
- Faciliter la fixation à l'interface liquide-gaz des particules collectées ;
- Donner une écume (moussant + particules) pseudo stable au-dessus de la cellule de flottation.

*Les moussants possèdent les propriétés physico-chimiques suivantes*

- Une faible concentration doit produire une mousse de volume et de résistance suffisante pour servir de milieu de séparation pour les solides ;
- L'écume doit se briser facilement après avoir quitté les conditions de pseudo stabilité qui permettent son maintien à la partie supérieure de la cellule de la flottation ;
- Les dimensions des bulles d'air et leur cinétique de coalescence doivent être aussi faibles que possible ;
- Leurs activités chimiques vis-à-vis de la surface des solides doivent être strictement nulles et doivent posséder une grande stabilité chimique par rapport à des variations brusques du pH, de concentration en sels dissous, etc;

- *Stabilisation de pH* : Des valeurs de pH inférieures à 4,8 déterminent des récupérations élevées de phosphate mais avec des concentrés de qualité insuffisante et des consommations d'acide prohibitives, tandis que des valeurs supérieures à 5,2 ne permettent par une bonne dépression des minéraux phosphatés.

Enfin, la comparaison entre les résultats métallurgiques obtenus avec cette méthodologie et ceux qui ont été obtenus par le moyen d'additions massives d'acide démontre que le premier procédé permet, en général les meilleurs résultats techniques et des consommations minimales d'acide [39].



### I. 3. 2. Enrichissement par calcination

Le minerai de phosphates caractérisés par une teneur importante en carbonates influent négativement sur la qualité du produit marchand (acide phosphorique). Ce qui nécessite un traitement pour éliminer ces carbonates avec une méthode simple et efficace (calcination).

La calcination est pratiquée dans le but de dissocier par voie thermique les carbonates de l'exogangue et de l'endogangue du minerai dans un intervalle de température compris généralement entre 700 et 1000 °C. Pour réduire les proportions de CaO et MgO par rapport au P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, la deuxième étape importante consiste en une opération d'hydratation des oxydes de Ca et Mg pour pouvoir ensuite les éliminer.

Le traitement thermique à haute température a une influence sur la qualité des produits calcinés. De nombreux travaux étudiant l'influence de la température de calcination sur la porosité, la réactivité et la surface spécifique ont montré une chute brutale de ces caractéristiques dans un intervalle de température étroit [40] et [41].

Les températures permettant d'éliminer les matières organiques sont généralement de l'ordre de 200 à 450 °C pour la vaporisation des matières volatiles et de 750 à 800 °C pour le cracking et la combustion. On fixe en pratique une température de 780 °C maximum pour éviter une chute très importante de la porosité et de la réactivité du calciné. A cette température, il reste environ 0,25 % en poids de carbone dans le calciné. Cette teneur est fonction de la teneur initiale en carbone, de la taille des particules de phosphate, du temps de séjour dans le réacteur, de la température, du milieu oxydant, etc... Ce carbone restant a pour effet de donner lors de la fabrication de l'acide phosphorique, un phosphogypse de couleur grise. On peut enlever une bonne partie de ce carbone par hydrocyclonage qui élimine 10 à 20% en poids de solide. Par contre, le rôle de ce carbone pour clarifier l'acide phosphorique est certain. Enfin, Sten, 1965 a remarqué que la calcination et non le grillage, augmente le temps de solubilité de la silice fine ou du silico-aluminate argileux lors de la fabrication d'acide phosphorique. Ce taux est important au-dessus d'une température de calcination de 815 °C. Cet effet est favorable, car on a observé que la silice soluble diminuait la corrosion dans les réacteurs de fabrication d'acide.

Le comportement thermique des minerais phosphatés carbonatés a été étudié par Brassens, 1974 afin de prévoir la température et les conditions de calcination nécessaires à l'obtention d'un rendement maximum donné. Sur plusieurs minerais types, l'auteur met en évidence trois pertes de masse successives en relation avec trois domaines de température :

- Première perte. Elle commence dès l'échauffement pour atteindre son maximum de vitesse entre 125 et 140 °C.
- Deuxième perte. En fonction des types de minerais, l'amplitude de cette perte varie entre 200 °C et 500 °C.
- Troisième perte. Cette perte, qui débute vers 520 °C, est la plus importante et la plus complexe.

L'eau combinée à la matière phosphatée s'élimine pendant l'augmentation de température correspondant au troisième domaine. La combustion des matières organiques s'effectue en deux étapes situées dans les deuxième et troisième domaines de températures. Leur élimination complète nécessite une température élevée ( $> 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). La décarbonatation représente l'essentiel de la troisième perte de masse, avec le  $\text{CO}_2$  des carbonates (calcite et dolomite) et le  $\text{CO}_2$  apatitique. Mis à part la perte de masse, durant ces dissociations, il intervient des effets secondaires importants [40].

- **Surface spécifique:** On assiste à une diminution de la surface spécifique entre  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$  pouvant être due à une libération du CaO dans les pores, des phénomènes de fusion superficielle et de frittage, un réarrangement cristallin de l'apatite. Mesurée par la méthode BET, la surface spécifique des phosphates sédimentaires est comprise entre 10 et  $20\text{ m}^2/\text{g}$ . Elle n'est plus que de 0,1 à  $0,4\text{ m}^2/\text{g}$  après calcination à plus de  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$  [40]

- **Masse volumique et dureté :** L'augmentation de la masse volumique entre  $600$  et  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  est de l'ordre de 5 %. Les essais menés par les auteurs cités ont montré que des phosphates crus ayant une masse volumique de  $2700$  à  $2900\text{ kg/m}^3$  peuvent atteindre  $3000\text{ kg/m}^3$  après traitement. L'augmentation de la dureté se traduit par une élévation de la consommation d'énergie nécessaire au broyage [42].

- **Clinkérisation :** Après  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , les matières siliceuses finement divisées, se combinent avec le CaO naissant, le fluor agissant par son rôle minéralisateur. Des travaux ont mis en évidence [40]. différentes formes minérales en fonction de la température : la larnite ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ ) à  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la rankinite ( $\text{Ca}_3\text{Si}_2\text{O}_7$ ) à  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la Cuspidine ( $\text{Ca}_4\text{F}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ ) à  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la wollastonite ( $\text{Ca}_3\text{Si}_3\text{O}_9$ ) à  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$  et la gehlénite ( $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ ) à partir des argiles. Dans de nombreux cas, on observe également la formation de la nagelschmidite  $\text{Ca}_7(\text{PO}_4)_2(\text{SiO}_4)_2$ .

Les processus de clinkérisation sont responsables du piégeage d'une partie de CaO qui est ainsi soustrait à l'action du post-traitement, et surtout des collages qui se produisent dans le calcinateur. Cependant, il faut noter que la croissance des silicates est un phénomène relativement lent, alors que la décarbonatation de l'exogangue est un phénomène rapide. Il faut ajouter à ce phénomène le rôle du fluor comme fondant libéré vers  $700 - 800\text{ }^{\circ}\text{C}$  et permettant à  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  la combinaison de  $\text{SiO}_2$  et CaO.

- **Cinétique de grillage et paramètre « a » de la maille :** Le départ de F de la maille apatitique se fait en deux stades :  $675-775\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $815-975\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Par contre, la dolomite est décomposée dès  $430\text{ }^{\circ}\text{C}$  et à  $790\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Pour la décomposition de la calcite, la réaction s'achève à  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Il existe une relation directe entre le paramètre « a » de la maille apatitique et la teneur en  $\text{CO}_2$  de l'apatite d'une part, et entre cette dernière et la réactivité et la filtrabilité du calciné d'autre part [43]. Avec le traitement, il a été montré que le paramètre de maille « a » évolue. Pour un même temps de calcination, le paramètre « a » augmente avec la température. Pour une même température de calcination, le paramètre « a » augmente avec le temps de séjour [44].

#### I.4.RESERVES ET PRODUCTION MONDIALES DES PHOSPHATES

Le tableau 3 rapporte la production et les réserves mondiales de phosphates selon les statistiques d'année 2018. Les pays les plus producteurs de phosphate sont la Chine, les Etats-Unis et le Maroc, avec plus de 70 % de la production mondiale. Les réserves mondiales se concentrent dans les plateaux continentaux et monts sous-marins dans l'océan Atlantique et l'océan Pacifique.

Les ressources mondiales de roche phosphatées sont estimées à plus de 300 milliards de tonnes. Les plus grands gisements de phosphate dans le monde sont localisés au Maroc et en Chine [45].

L'Algérie occupe la troisième place en termes de réserves dans le monde.

**Tableau.3** : Production et réserves mondiales des phosphates naturels en 2018.

Pays	Production des minerais (Kt)		Réserves (Kt)
	Années	2018	
Maroc et Sahara occidentale		33000	5000000
Chine		140000	3200000
<b>Algérie</b>		<b>1300</b>	<b>2200000</b>
Etats-Unis		27000	1000000
Vietnam		3300	30000
Brésil		5400	1700000
Égypte		4600	1300000
Inde		1600	46000
Jordanie		8800	1000000
Kazakhstan		1600	260000
Mexico		2000	30000
Australie		3000	1100000
Pérou		3100	400000
Russie		13000	600000
Arabie Saoudite		5200	1400000
Sénégal		1500	50000
Afrique du sud		2100	1500000
Syrie		100	1800000
Togo		850	30000
Tunisie		3300	100000
Finlande		1000	1000000
Ouzbekistan		900	100000
Autres pays		1300	770000
<b>Total</b>		<b>270000</b>	<b>70000000</b>

## I.5. DOMAINES D'UTILISATION DES PHOSPHATES

Les applications actuelles du phosphore et ses dérivés se sont multipliées dans de nombreux secteurs industriels [46]. Parmi ces applications ont cité : l'industrie, les engrais et la fabrication de l'acide phosphorique principalement.

Environ 90 % de phosphate dans le monde est consommé dans l'agriculture comme engrais et pour la fabrication de l'acide phosphorique [47]. Le phosphate naturel est également utilisé à des fins industrielles et pour la production de compléments alimentaires pour animaux et de produits alimentaires. Une autre utilisation importante est la fabrication de phosphore élémentaire et de ses dérivés, en particulier le tripolyphosphate de sodium, un composant important des détergents puissants [48] et [19]. Il se trouve aussi dans d'autres secteurs, tels que : la pétrochimie, la médecine, la métallurgie et le textile [32].

L'acide sulfurique et le phosphate naturel sont les matières premières utilisées dans la production du superphosphate simple (SSP) et de l'acide phosphorique. L'acide phosphorique est un produit intermédiaire important dans le marché du phosphate qui est non seulement nécessaire pour le processus de fabrication de MAP, DAP et TSP (triple superphosphate) utilisés en agriculture, mais constitue également la base pour de nombreuses utilisations non-engrais de phosphate. En 2011, environ 72% de la production du monde du phosphate naturel a été utilisée pour fabriquer de l'acide phosphorique à tous égards. De ce taux, environ 90% ont été en outre traités pour former engrais phosphatés [49].

Le phosphate joue un rôle prépondérant dans les divers domaines :

- dans les engrais, il apporte ses qualités fertilisantes particulières.
- dans l'alimentation, il est employé pour les propriétés spécifiques du  $P_2O_5$  dans le métabolisme.
- dans les détergents, on l'utilise pour les propriétés séquestrantes, chélatantes de  $P_2O_5$ .
- dans les textiles, les plastiques et le traitement du bois le  $P_2O_5$  apporte des qualités de résistance à l'inflammation.
- en métallurgie, les dérivés du phosphore sont utilisés pour le nettoyage et protection ou revêtement anticorrosion.
- en chimie et dans le pétrole, le phosphore permet la fabrication de dérivés intermédiaires particulièrement actifs (sulfures, chlorures, oxydes, etc...).
- le pouvoir de dispersion des phosphates a conduit à leur utilisation dans de multiples industries pour séparer ou combiner des liquides et des solides finement dispersés.

Enfin, il y a des applications secondaires dans de très nombreux secteurs industriels : cimenterie, pigments, allumettes, émailleries, etc...

*CHAPITRE II*  
*Aperçu sur les phosphates*  
*de Djebel Onk*

## CHAPITRE II : APERÇU SUR LES PHOSPHATE DE DJEBEL ONK

### Introduction

L'Algérie est un pays riche en diverses substances utiles dont la majorité n'est pas encore mise en valeur. Le sous-sol algérien contient des ressources minérales et des substances utiles telles que le fer, le plomb, le zinc, le cuivre, les sulphates et les phosphates qui font l'objet de notre étude, situés dans la région de Djebel Onk.

La région Djebel Onk est située au Sud-Est de l'Algérie à 100 kilomètres au Sud-Ouest de Tébessa et à 20 kilomètres de la frontière algéro-tunisienne, sur la route qui relie Tébessa à El Oued. Elle constitue la limite géographique naturelle entre les Hauts-Plateaux du Constantinois et le domaine Saharien. Le Djebel Onk est, lui-même, un massif montagneux calcaire, long d'une vingtaine de kilomètres et culminant à 1198 m au Djebel Tafraya. Ce massif forme l'extrémité orientale des Monts des Nememchas qui prolongent les Monts des Aurès vers l'Est, avec des sommets moins élevés, inférieurs à 1800 m [50].

Les gisements les plus importants sont en relation avec ceux connus en Tunisie; il s'agit des gisements situés au Nord de Tébessa (Djebel Kouif et Djebel Dir) et des gisements qui se situent sur la bordure de l'anticlinal de Djebel Onk, dans la région de Bir El Ater. Exploités par la Société Minière des Phosphates (SOMIPHOS) - filiale de FERPHOS, les ressources prouvées sont estimées à plus de 2 milliards de tonnes de phosphate [32].

### II.1. HISTORIQUE

Les premières études effectuées dans le Nord Est Algérien datent du 19<sup>ième</sup> siècle. C'est ainsi que H- Coquant a travaillé dans les Aurès et les Nememtcha, Pouillon Boblaye dans les Aurès et F. Aubert dans la région de Negrine.

- Au début du 20<sup>ième</sup> siècle (1902 – 1912) Y- Blayal a établi une coupe à travers les terrains de l'Eocène- Paléocène de Djebel Dekma et Djebel Bou Kebch.

- 1908 : I. Darete a effectué la classification de l'Eocène pour la région de Guelma.

- 1910-1911 : le secteur Bled El Hadba et Oued Bétita ont fait l'objet de travaux miniers (puits, tranchées, galeries (H. Roux et H. Douville).

- 1924 : D. Dussert a écrit un ouvrage sur les phosphates de l'Algérie.

- 1939 : Laffitte a réalisé une étude dans les Aurès, et L. Cayeux a décrit les affleurements de phosphates dans le gisement de Bled El Hadba.

- 1945 : J. Flandrin a signalé un large développement des phosphates de l'Eocène.

- 1948 : J. Flandrin a publié une œuvre sur les terrains nummulitiques de l'Algérie.

- 1951 : L. Visse a étudié le gisement de phosphates de Djebel Onk où il a donné une évaluation générale des réserves du gisement.
  - 1961-1962 : des observations aéroradiométriques ont été effectuées dans la région de Constantine -Guelma ; par la suite, toutes les anomalies ont été étudiées en surface (Vogt, Belhadj 1963).
  - 1962-1963 : des travaux de recherches ont été effectuées sur les Gisements de Djebel Onk et Djebel Djemidjma.
  - 1963 : Ronchin a effectué une évaluation des réserves sur le gisement de Djebel Onk et a estimé les réserves à 230 millions de tonnes dont Djemidjma (96,4 millions de tonnes en B+C1).
  - 1971-1974 : des observations aéroradiométriques ont été réalisées par la société SONAREM. Leur interprétation relative aux recherches sur les phosphates (feuille de Bir El Ater) ont été réalisées par Rudowic Z. en 1975.
  - 1976-1977 : R. Raoudsep a effectué des travaux de recherche sur les phosphates dans la région de Bir El Ater (Djebel Onk Nord et Sud, Bled El Hadba, Oued Bétita et Djebel Darmoun) et le Nord Est Algérien. Il a estimé les réserves de Djebel Onk Nord à 100 millions de tonnes et celles de Djebel Onk Sud à 110 millions de tonnes.
  - 1976-1978 : Y.Kassatkine a réalisé des travaux d'évaluation sur les phosphates dans le district minier de Djebel Onk (Djebel Onk Nord et Sud, Bled El Hadba, Oued Bétita et Djebel Darmoun).
- Les réserves calculées sont : Djebel Onk Nord à (71,5 millions de tonnes), Djebel Onk Sud (343 millions de tonnes), Djemidjma (75 millions de tonnes) et Bled El Hadba (241,8 millions de tonnes).
- 1985-1987 : S. Cieslinski a réalisé des travaux d'évaluation sur les phosphates des gisements de Djebel Onk Nord et Sud, Bled El Hadba et Oued Bétita.
  - Les travaux de prospection et d'évaluation réalisés en 1985-1988 sur la région de Djebel Onk ont montré les gisements importants en qualité et en quantité : Djebel Onk Sud, Djemidjma, Kef Essenoun, Oued Bétita, Bled EL Hadba et Djebel Onk Nord (flanc septentrional de l'anticlinal de Djebel Onk, à 8 km au NW de Bir El Ater). Ce dernier a permis d'estimer les réserves de ce gisement environ 150 millions tonnes à 20,29% en  $P_2O_5$  et 3,95 % en MgO.
  - Djebel Onk Sud : Deux gisements importants actuellement en exploitation sont situés au Sud de l'anticlinal de Djebel Onk : Djebel Djemidjma et Kef Essenoun.

a. Djebel Djemidjma : situé sur un petit brachyanticlinal asymétrique du même nom dont le noyau est constitué de Thanétien phosphaté et sur les flancs duquel on trouve la carrière de

phosphate. Les travaux de prospection et évaluation réalisés en 1985-1988, ont concerné la partie occidentale de l'anticlinal (bloc I) et la partie orientale (bloc IV). Les réserves calculées de ces deux blocs sont évaluées à 600 millions tonnes en B+C1+C2 avec des teneurs de 23,47% en  $P_2O_5$  et 3,74 % en MgO.

b. Kef Essenoun : C'est le gisement le plus intéressant du point de vue qualité du minerai. Les couches de phosphates ont une puissance importante allant jusqu'à 50 m et gisent à une profondeur relativement faible. Les réserves sont estimées environ 480 millions tonnes en B+C1+C2 avec des teneurs de 24,94% en  $P_2O_5$  et 3,2 % en MgO.

- Bled EL Hadba : Situé à 20 km au sud-est de Bir El Ater sur le flanc Ouest de Djebel Zerga. Les réserves calculées sont de : 325 millions tonnes avec des teneurs de 21,05% en  $P_2O_5$  et 4,92 % en MgO.

- Oued Bétita : Situé à 45 km au sud-est de Bir El Ater, près de la frontière Algéro-Tunisienne, la puissance des couches de phosphate varie de 1,5 à 2 m à 26-28 % de  $P_2O_5$ . Les réserves prévisionnelles sont estimées à 20 Mt.

- 1993 : le BRGM a réalisé une expertise géologique et des ressources en phosphate des gisements de la région du Djebel Onk (Djemi Djema, Kef Es Senoun, Djebel Onk, Bled El Hadba et Oued Bétita).

-La campagne réalisée durant 1998-1999, la société FERPHOS a réalisé des travaux de prospection et d'évaluation du gisement de phosphate de Bled El Hadba, dont Les réserves ont été estimées à 320 millions tonnes, décomposées par catégorie : B : 103 108 236 tonnes, C1 : 156 658 709 tonnes et C2 : 59 922 906 tonnes.

## II. 2. GEOLOGIE LOCALE

Les phosphates algériens sont liés aux dépôts marins du Tertiaire -Paléocène et Eocène-[51]. Les phosphates stratiformes liés aux dépôts marins, sont largement développés sur le territoire Nord-est algérien. Ils sont subdivisés en deux zone : celle du Nord, plus exactement connue à Sétif et Bordj Bou Arreridj, à l'exemple des anciennes exploitations (Ras El Oued, Bordj Ghedir) et la zone Est, plus riche et très importante particulièrement à Tébessa où se trouvent les gisements en cours d'exploitation. Notamment dans la région de Djebel Onk. Cette région comprend plusieurs secteurs ou formations phosphatées. Parmi les gisements soumis à l'expertise, dont les limites sont définies sur la figure 6, trois sont attenants à l'exploitation actuelle Djemi-Djema Est et Ouest et Kef Es Senoun et trois en sont éloignés de 6 à 35 kilomètres : Djebel Onk Nord, Bled El Hadba et Oued Bétita.

Les dépôts de phosphates sont concentrés dans plusieurs gisements : Bled El Hadba (800 Mt), Djemi Djema (618 Mt), Kef Esnoun (517 Mt), Bétita (175 Mt), Djebel Onk Nord (92 Mt) et Tarfaya (144 Mt). Ces phosphates sont d'âge Tertiaire Inférieur : passage Paléocène à l'Eocène inférieur. Ces domaines phosphatés d'âge Tertiaire, appartiennent à la grande province phosphogénique méditerranéenne qui s'étale depuis le Maroc à l'Ouest jusqu'aux pays du Moyen Orient (Irak, Jordanie, Syrie etc..).



Les Gisements d'importance économique, connus sous le nom de phosphorite, sont localisés dans la zone Est et plus précisément à Tébessa, ou ils sont en relation étroite et partagent des affinités avec les gisements connus en Tunisie. Ceux du Nord Est de Tébessa (Dj. Dyr et El Kouif), en terme des réserves sont l'équivalent de : Ain Kerma, KelaâtDjerda et SraOuartane du coté tunisien et ceux de Bir El Ater, situés sur les flancs de Djebel Onk et le flanc Ouest de Djebel Zrega, avec un potentiel économique considérable, sont en rapport direct avec les gisements exploités en Tunisie dans le Bassin de Gafsa [51]. comme les gisements de M'rata, Redeyef, Kef Eschfair et Metleoui. Ce grand bassin phosphaté, situé entre l'Algérie et la Tunisie, est connu sous le nom du Bassin Gafsa-Bir El Ater [52], dont fait partie le gisement de Bled El Hadba est l'objet de cette étude.

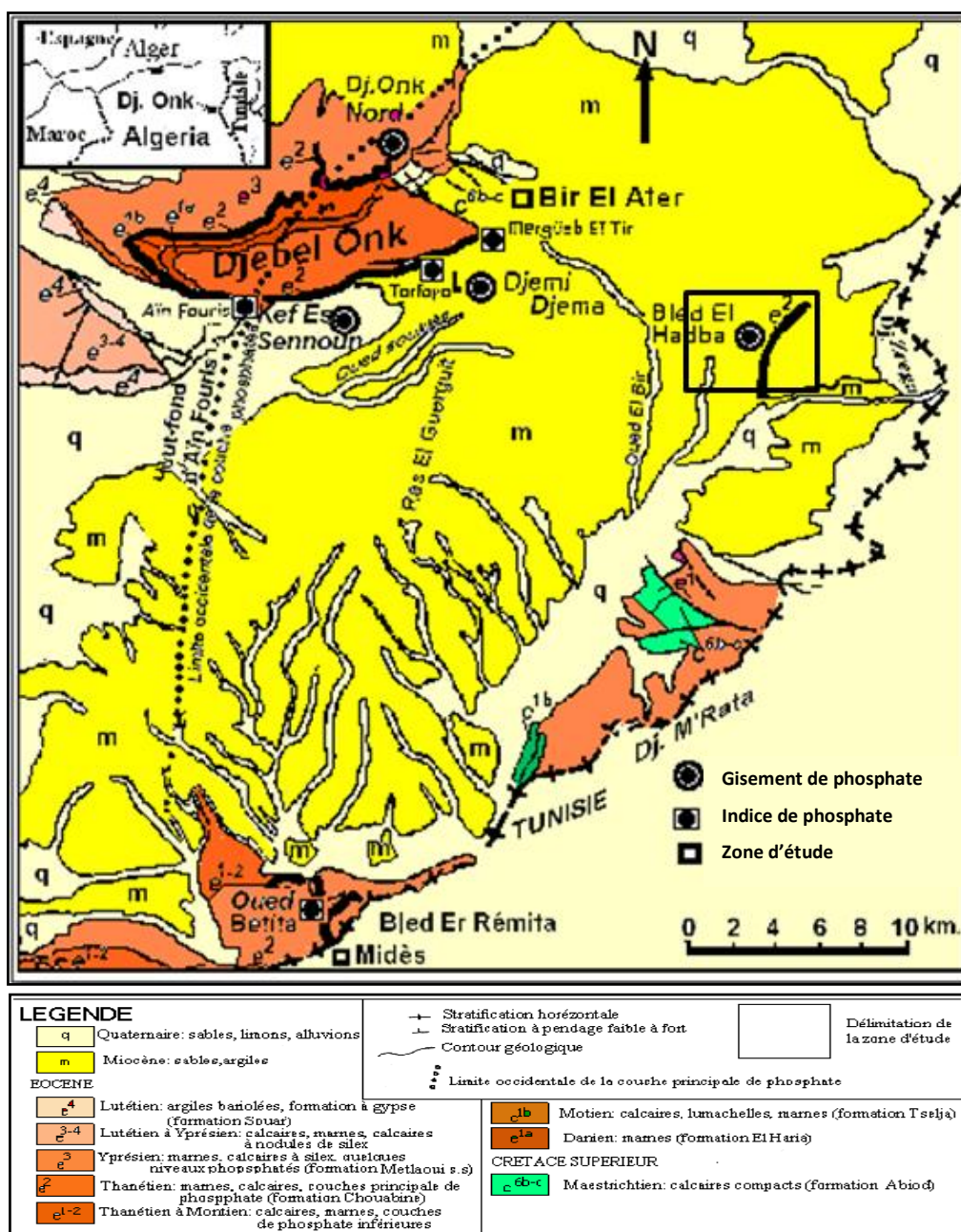


Figure. 6. Situation géographique et géologique des gisements de Djebel Onk [53].

### II. 3. STRATIGRAPHIE DU GISEMENT DE BLED EL HADBA

Dans les limites du périmètre d'étude, les formations rencontrées, présentent des similitudes avec celles des gisements de Kef Essenoun et Djemidjema, situées sur le flanc opposé de la vaste structure synclinale qui regroupent à l'exception de quelques variations lithogéochimiques, latéralement et verticalement dans le faisceau phosphaté.

**a. Le Montien :** Il affleure à l'Est du périmètre d'étude et occupe une vaste étendue, occupée essentiellement de bas en haut par les formations suivantes: des calcaires lumachelliques, silicifiés, suivis par une alternance d'argiles, calcaires lumachelliques, calcaires argileux, marnes et dolomies. Ensuite, se dépose des calcaires lumachelliques et des calcaires légèrement phosphatés. La série se termine par des calcaires compacts de couleur jaune brunâtre.

**b. Le Thanétien :**

- *Le Thanétien inférieur :* Matérialisé dans le périmètre exploré par des marnes argileuses, feuilletées, de couleur grise sombre à nuance verdâtre, bitumineuses, sporadiquement à intercalations de minces bancs de calcaire grisâtre et des passées phosphatées d'épaisseur décimétriques. Au sommet de cette série, s'individualise une zone minéralisée de phosphate coprolithique à gros grains et à matrice argilo-marneuse, intercalant des minces couches de marnes phosphatées et dolomitisées. Cette zone minéralisée est recoupée par l'ensemble des sondages réalisés au cours de cette étude. Elle est exprimée sur toute l'étendue du territoire du gisement de Bled El-Hadba, son épaisseur varie de 0.80m dans le sondage SPH-40 à 5.90m dans le sondage SPH-21 (Fig.14). Généralement, cette épaisseur est supérieure à 3m dans le gisement. Le Thanétien inférieur se termine par des marnes grisâtres, feuilletées, résiduellement phosphatées, dont l'épaisseur est généralement de 1.70 à 2m.

- *Le Thanétien supérieur :* Il forme exclusivement la zone productive de la minéralisation phosphatée, connue dans les gisements en exploitation du bassin de Bir El Ater. Généralement, ces phosphates sont d'aspect gréseux à granulométrie allant des grains fins aux gros grains, de couleur beige, grisâtre, par endroits de couleur noire à nuance bleuâtre, sous forme de lentilles. La matrice est carbonatée dans les faciès durs et argilo-marneuse dans les faciès tendres et friables.

Le minerai renferme abondant débris de fossiles, représentés essentiellement par des lumachelles, lamellibranches, gastéropodes, coprolithes, débris d'ossements de poissons et dents de requins.

L'épaisseur moyenne du faisceau est de l'ordre de 30m. Vers l'Ouest et le Nord Ouest, au large du synclinale, le faisceau phosphaté s'accroît relativement en épaisseur pour atteindre 34 à 36m aux alentours des sondages (SPH-07, SPH-08, SPH-09, SPH10, SPH-30 et SPH-31), voire même 37.10m à l'extrême Ouest du gisement (SPH-18). Cet épaississement de la série est remarquable aussi vers le Sud ouest du gisement, où la puissance du niveau atteint 37.50m aux alentours du sondage (SPH-12).

L'étude (ORGM) macroscopique et microscopique appuyée par des résultats des analyses chimiques, a permis de regrouper les différentes strates du minerai du faisceau du Thanétien supérieur en trois couches phosphatées sommitale, principale et basale (Prian et Cortiel, 1993), recoupées par l'ensemble des ouvrages. Elles se présentent de bas en haut, comme suit :

- *Couche Basale* : La puissance de la couche est variable, elle oscille entre 2.40 m (SPH-40) à 18.00 m (S52K). La couche est caractérisée par des phosphates à grains fins et moyens à ciment calcaro-dolomitique, intercalant des lumachelles phosphatées, incluant par endroits des géodes et des cristaux de quartz.

- *Couche Principale* : Cette couche est la plus importante en puissance, qui atteint 29.75m dans le sondage (SPH-18) et en qualité de minerai avec des teneurs, qui dépassent les 27% en  $P_2O_5$  avec le MgO moins de 4%, dans le sondage SPH-22.

Généralement, l'épaisseur de cette couche est très importante vers l'ouest du bassin, elle est caractérisée par des phosphates de qualité supérieure ( $P_2O_5$  supérieur à 20%, MgO inférieur à 4%) dans tout le gisement.

Ces phosphates sont le plus souvent à grains fins et à matrice argilo-marneuse, d'aspect gréseux, tendre et friable, de couleur beige, grisâtre et même gris-sombre à nuance bleuâtre. Cette couche admet une intercalation de lumachelle phosphatée à ciment calcaro-dolomitique ou de phosphate lumachellique, d'épaisseur qui varie de 2.50 m (SPH-38) à 6.00 m (SPH-11), dont la qualité du phosphate est pauvre ( $P_2O_5$  inférieur à 20%, MgO Supérieur à 4.5%).

- *Couche Sommitale* : son épaisseur varie de 2.30 m (SPH-11) à 18 m (SH-27). Au Nord ouest du gisement, la couche est totalement érodée aux alentours du sondage (SPH-32). Sur le plan lithologique, elle ressemble beaucoup plus à la couche basale, avec des phosphates lumachelliques à grains fins et moyens, à ciment calcaro-dolomitique, durs, compacts, de couleur grisâtre, beige et gris-sombre, intercalant des lumachelles phosphatées et incluant des géodes de quartz.

**c. L'Yprésien** : Il repose en concordance sur les phosphates du Thanétien supérieur. Il est constitué essentiellement à la base, d'une série de calcaire lumachellique, dur, compact et consolidé, par endroits dolomitisé, de couleur grisâtre, incluant des nodules de silex, intercalant des minces horizons de phosphate d'épaisseur inférieure à 2 m. Elle est suivie par des marnes blanchâtre à grisâtre, généralement gypseuse, à intercalations de lits et nodules de silex et de bancs de calcaire dolomitisé. Au sein de cette formation marneuse, s'individualise une couche de phosphate, dont l'épaisseur varie de 3 à 14 m et formée de phosphate à grains fins et moyens de couleur gris-clair à ciment calcaro-dolomitique (Magnésien), intercalant des bancs centimétriques de calcaire et silex. Au-dessus de ces marnes, l'Yprésien se termine au sommet par une série de calcaire lumachellique gris-clair, à géodes de quartz et nodules de silex. L'épaisseur de tout l'Yprésien peut atteindre 55 m. Cependant, cette épaisseur est progressivement décroissante vers le Nord ouest et le Sud du gisement à l'origine de la discordance d'érosion anté-miocène qui a fait tronqué les formations de l'Yprésien.

*d. Le Lutétien* : Cet étage n'affleure pas en surface, il n'a été reconnu que par sondages, il se développe vers l'Ouest et le Sud ouest du gisement, il repose en concordance sur l'Yprésien, caractérisé et individualisé par des formations à prédominance gypsifère, en général, des calcaires organogènes gypseux à géodes de quartz et nodules de silex, des marnes gypseuses ainsi que des concentrations décimétriques de gypse. L'épaisseur maximum du Lutétien dans les limites du gisement est de 40 m.

*e. Le Miocène* : Il repose en discordance sur toutes les formations sous-jacentes. Il est constitué essentiellement par une puissante série de sables quartzeux, de couleur jaunâtre, meuble, intercalant des couches de marnes argileuses de couleur jaunâtre à verdâtre. Le Miocène débute généralement par des conglomérats de base, formés par des éléments polygéniques, anguleux à sub-anguleux (quartz, calcaire, marnes) et à ciment argilo-gréseux. La puissance de la série augmente progressivement de l'Est à l'Ouest, dans les limites du gisement l'épaisseur maximum atteinte est de 301m

PROFONDEUR	LITHOLOGIE	DESCRIPTION GEOLOGIQUE
2.00		Terre végétale de couleur marron-terreuse, composée essentiellement d'argiles, sables et fragments de calcaire, silex et quartz.
05		Sable quartzeux de granulométrie moyenne à grossière de couleur marron-jaunâtre, intercalant une passée d'argile fortement limonitisée et légèrement sableuse de couleur jaunâtre dans l'intervalle (12.20-12.70)
10		
12.20-12.70		
15		
20		
25		Sable quartzeux de granulométrie fine à très fine de couleur marron-jaunâtre.
27.00		
30		
35		
40		
45		
50		
55		
60		
65		
70		Calcaire organogène, compact et massif, poreux et caverneux, de couleur gris-blanchâtre, fortement silicifié et à nodules de silex.
76.00-77.50		
80		Calcaire-mameux organogène, compact et massif, de couleur marron-jaunâtre, fortement limonitisé. Par endroits, poreux et caverneux, intercalant une passée fine de phosphate grenue à grains moyens à la profondeur (79.40-79.70).
85		
88.30		Calcaire mameux et gypseux, compact et massif, de couleur blanchâtre, incluant des géodes de quartz et nodules et interlits de silex. L'intervalle admet des passées décimétriques de phosphate.
90		
94.20		Niveau productif des phosphate de l'Yprésien Basal, constitué de phosphate grenu à grains fins et moyens, de couleur gris-brunâtre à gris-blanchâtre, compact et massif, incluant des nodules de silex et fragments de calcaire, résiduellement gypseux. Par endroits, le niveau est à ciment carbonaté et par d'autres à matrice mameuse, tendre et friable.
95		
100		
105		
110		
108.20-110.70		Marne gypseuse compacte et consolidée, gris-blanchâtre, imprégnée de phosphate résiduellement légèrement phosphatée.
110.70		
112.40-114.80		Calcaire lumachellicque gris- claire à grisâtre, caverneux incluant des nodules de silex et géodes de quartz, intercalant des passées décimétriques à métriques de phosphate coprolithique gris- brunâtre dans les intervalles (110.70-112.40), (114.40-114.80), (116.70-118.50). Dans l'ensemble les calcaires lumachellicques sont à ciment phosphaté.
114.80		
116.70-118.50		
118.50		
120		Niveau productif du Thanétien Supérieur, matérialisé par des phosphates gris-brunâtre à brunâtre, lumachellicques et à géodes de quartz dans l'intervalle: (127.40-133.70), à grains grossiers et moyens, massif et compact, intercalant une passée de calcaire lumachellicque fortement phosphaté dans l'intervalle: (132.20 - 133.70), suivi par des phosphates brunâtres à grains fins et moyens, compacts et à matrice mameuse. A partir de la profondeur 154.00 m jusqu'à 160.00 m , les phosphate sont lumachellicques et à géodes de quartz, intercalant une passée de lumachelle fortement phosphatée dans l'intervalle: (154.00 - 155.20 m).
125		
127.40		
130		
132.20-133.70		
135		
140		
145		
150		
154.00-155.20		
155.20		Marne argileuse au sommet, de couleur gris-brunâtre, imprégnée de phosphate, suivi par des marnes pélitiques litées gris-sombre à nuance verdâtre, phosphatées.
160.00-161.40		
161.40		Phosphate gris-brunâtre à gris-sombre à fraction coprolithique et à matrice mameuse
165		
167.30-168.00		Marnes pélitiques litées de couleur noire à nuance verdâtre, compactes et massives.

Figure. 7. Colonne lithologique du sondage SPH-21 [54].

## II. 4. CARACTERISTIQUES CHIMIQUES ET PETROGRAPHIQUES

Les études géochimiques effectuées sur une série de minerai de phosphate de Djebel Onk par différents auteurs [55], [20], [56], [57], [58] et [59]. Ont mis en évidence l'association des éléments chimiques avec les phases minérales phosphatées telles que les argiles, les carbonates, les apatites, la silice, etc...

Suivant les études de l'ORGM (2012/2014) la Couche de phosphate du Thanétien Inférieur est caractérisée par une puissance qui oscille entre 1.60 m (SPH-39) à 5.90 m (SPH-21) pour des teneurs moyennement élevées en  $P_2O_5$  qui varient de 16.79 (SPH-41) à 26.79% (SPH-24). Généralement cette teneur est supérieure à 20% dans la majorité des ouvrages et les teneurs en MgO varient de 2.03 à 7.49%.

Du point de vue qualité du minerai, les phosphates de cette couche ressemblent beaucoup plus à la couche principale du niveau productif du Thanétien supérieur, avec une légère hausse du MgO causée par l'intercalation de marne dolomitisée au sein de cette couche. L'évolution de cette couche est plus intéressante vers l'Ouest du gisement, où son épaisseur dépasse souvent 3.60 m et des teneurs en  $P_2O_5$  généralement supérieures à 21%. Cette tendance est moins exprimée dans la partie Est du gisement, avec des teneurs et des épaisseurs légèrement fluctuantes, notamment, dans les Bloc C1-I et C1-II. Le rapport  $CaO/P_2O_5$  dans les blocs est relativement bas et est souvent inférieur à 2, il varie de 1,74 à 1,95. Les teneurs moyennes en  $SiO_2$  sont souvent élevées et oscillent entre 6,20 et 14,11%. Pétrographiquement, représentée par des roches de nature carbonatée, de texture massive et de structure microgranulitique, contaminée partiellement par un matériel gréseux.

La matrice est dans l'ensemble à éléments très fins à moyens, essentiellement carbonatée (calcite) avec des cristaux de dolomite en forme rhomboédrique de taille millimétrique. Cet ensemble polycristallin renferme des éléments sub-sphériques à elliptiques en structure colomorphe, représentant des granules de phosphate en structures microgranulitiques et des formes en amas microgranulaires et en enduit épigénétiques sur des formes colomorphes d'éléments bioclastiques.

Le Faisceau phosphaté du Thanétien Supérieur : suivant les observations et la description géologique du minerai, jumelé aux résultats des analyses chimiques, en particulier (teneurs en  $P_2O_5$  et MgO), est subdivisé en trois couches:

**a. Couche Basale :** Son épaisseur varie entre 2.40 à 18 m, caractérisée par des teneurs en  $P_2O_5$  qui oscillent entre 12.16 (SPH-35) à 21.45% (SPH-26). Généralement, cette teneur est inférieure à 21%, le MgO titre une teneur élevée, le plus souvent supérieure à 4.50%, elle varie de 3.75 à 11.42%. Le rapport  $CaO/P_2O_5$  dans les blocs est généralement élevé et supérieur à 2, il oscille entre (1,97 - 2,57). La teneur moyenne en  $SiO_2$  varie de 3,20 à 5,99%.

L'étude pétrographique sur des échantillons de lames minces, montre qu'il s'agit de roche d'une nature carbonatée, possédant une texture massive et une structure cryptogranulaire à microgranulaire, généralement avec une matrice hétérogène

cryptogranulaire, constituée essentiellement de grains micritiques de calcite disposés en pâte microcristalline fortement associées avec de la dolomite en grains de même taille que la calcite. Les éléments phosphatés se trouvent en quantité relativement abondante, dispersés en fines granulites et en forme d'enduit, généralement opacifiés par du matériel pélitique. Parfois, on note la présence de quartz en grains xénomorphes.

**b. Couche principale :** Définie par des teneurs élevées en  $P_2O_5$  supérieures à 20% et faibles en MgO inférieures à 4.5%, matérialisée par une puissance importante qui oscille entre 4,50 et 29,75 m, le plus souvent supérieure à 15 m. La teneur moyenne en  $P_2O_5$  dans les sondages varie de 16,23 (SH-01) à 27,90 % (SPH-09), celle de MgO titre entre 1,47 à 5,73%. Le rapport  $CaO/P_2O_5$  est le plus bas par rapport aux autres couches de phosphate (1,77 à 1,96). La teneur moyenne en  $SiO_2$  est relativement faible et varie de 2,31 et 4,34%.

L'étude pétrographique sur quelques échantillons montre que le minerai est de texture massive et de structure microgranulaire à grains fins à moyens, la matrice est constituée essentiellement par des grains de calcite agencés parfois en mosaïque, polluée par un matériel détritique gréseux, représenté par le quartz en grains xénomorphe. Les grains de calcite sont en regroupement microgranulaires et cimentent des nodules et pellets de la matière phosphatée de couleur jaunâtre. Dans l'ensemble, on observe des veinules avec un remplissage de matériel noirâtre, représentant la matière argileuse associée aux hydroxydes de fer.

**c. Couche Sommitale :** Elle montre des caractéristiques semblables à la couche basale, pauvre en  $P_2O_5$  et riche en MgO, la puissance de la couche est de l'ordre de 2,30 à 18 m, dans la partie nord du gisement, elle est érodée totalement (SPH-32), généralement son épaisseur est inférieure à 8,5 m. Les teneurs en  $P_2O_5$  oscillent entre 12,50 (SPH-20) et 22,32% (SH-04), le MgO varie entre 4,82 (SPH-43) à 10,83% (SPH-20). Le rapport  $CaO/P_2O_5$  est très élevé, il est souvent supérieur à 2 et varie dans les blocs entre 2,02 et 2,34. La teneur moyenne en  $SiO_2$  est très élevée et varie entre 3,91 et 8,20%.

L'étude pétrographique montre qu'il s'agit de roche d'une nature carbonatée de structure cryptogranulaire à microgranulaire, la matrice est à grains très fins à dominance carbonatée, représentée par la calcite, parfois épigénèse par la dolomite, disposée en forme de pâte cristalline qui cimente des particules de quartz en forme xénomorphe. Les sections montrent une minéralisation en phosphate en forme d'imprégnation de la matrice en granules collomorphe et en sections allongées d'apatite, par endroits contaminées par de menues granules sphériques de glauconite.

*La Couche de l'Yprésien :* une épaisseur qui varie de 3 à 14 m, par endroits, totalement érodée, en l'occurrence, le Nord du gisement (SPH-32 et SPH31), et au Sud, aux alentours de SPH-01 et SPH-02. Cette couche est caractérisée par des phosphates pauvres en  $P_2O_5$  et riche en MgO, Le  $P_2O_5$  varie entre 14,42 (SPH44) et 21.86% (SPH-26), généralement la teneur est stable autour de 16 à 19 % dans la plupart des ouvrages. Le MgO titre des teneurs généralement élevées (3,72 (SPH38) à 9,73 (SPH-39)). Le rapport  $CaO/P_2O_5$  est le plus élevé

dans le gisement, il varie de 2,08 à 2,75. La teneur moyenne du SiO<sub>2</sub> dans les blocs est très élevée et varie de 9,08 à 20,58%.

L'étude pétrographique montre qu'il s'agit d'une roche de nature carbonatée à texture massive et d'une structure cryptogranulaire à micrograulaire, et représente généralement une matrice hétérogène, constituée de grains micritiques de calcite disposée en pate microcristalline, cette pate englobe parfois des formes sub-sphériques de tests organogènes, totalement épigenèses et recristallisés par la calcite secondaire et par d'autres, des amas en agglomérats alvéolaires, composés de rhomboèdres de dolomite et de calcite de deuxième génération disposées en mosaïque.

## II. 5. RESERVES DE PHOSPHATE DE BLED EL HADBA

Dans cette perspective, l'ORGM a réalisé 45 sondages, couvrant une superficie de 660,43 ha. Le gisement de Bled El Hadba est composé de trois couches de phosphates subhorizontales localisées dans l'Yprésien, le Thanétien supérieur et le Thanétien inférieur.

Le niveau du Thanétien supérieur est séparé de celui de l'Yprésien par un banc puissant de 20m de lumachelle, faiblement phosphaté. Par contre, une couche de marne de 2m d'épaisseur constitue le toit du niveau du Thanétien inférieur et le mur du niveau du Thanétien supérieur.

Le niveau du Thanétien supérieur est le plus productif. Il est constitué de trois couches, sommitale, principale et basale, totalisant une épaisseur atteignant 37m (Sondage SPH-12). L'ensemble plonge sous forme d'un monoclinale avec une pente douce de 6 à 10° vers l'ouest et se noie sous les dépôts du Miocène (Sable et argile). La délimitation des blocs est défini par le caractère morfo-structurel du gisement de Bled El Hadba et la densité d'exploration.

Dans ce cadre, les sondages des campagnes de recherches antérieures ont été pris en considération à l'exception du sondage D-21, implanté dans le bloc B-I. Les blocs B/BH, C1/3BH et C1/4BH, évalués par CERAD en 1999 constituent un potentiel total du gisement de Bled El-Hadba est de 320Mt. Le tableau 4. Illustre le potentiel des réserves d'après L'ORGM (2012-2014).

### *Délimitation des blocs.*

- Deux (02) blocs de réserves en catégorie « B »
- Trois (03) blocs de réserves en catégorie « C1 »
- Quatre (04) blocs en catégorie « C2 »

La maille d'exploration est plus au moins régulière dans l'ensemble des blocs.

- Blocs « B »: 200 x 250m
- Blocs « C1 »: 400 x 500m
- Blocs « C2 »: >500m



Blocs « P » : Les ressources prévisionnelles (P) ont été calculées par extrapolations sur une distance de 250m du dernier sondage vers l'Ouest par rapport aux réserves de la catégorie C2 ainsi que sur la base des résultats des sondages électriques verticaux (SEV) réalisées en 2012-2014 jusqu'à la profondeur de 400m (profondeur limite d'investigation) et celles du profils des SEV réalisé entre les gisements de Djmi-Djma et Bled El Hadba en 1985-1987 par SONAREM.

**Tableau. 4:** Récapitulatif des réserves du gisement par catégorie [54].

Niveau	Catégorie B	Catégorie C1	Catégorie C2	Catégorie P	Réserves par niveau (t)
<b>Faisceau du Thanetien Supérieur</b>	210 772 096	159 312 591	229 907 386,81	121 997 209,88	721 989 283,69
<b>La couche de L'ypresien Basal</b>	-	44 098 537,18	37 865 385,00	14 585 469,60	96 549 391,78
<b>La Couche Du Thanetien Inferieur</b>	-	29 104 081,72	26 724 238,40	14 804 951,40	70 633 271,52
<b>Total</b>	210 772 096	232 515 209,9	294 497 010,21	151 387 630,88	
<b>Total Gisement (B+C1+C2+P)</b>					<b>889 171 946,99</b>

## II. 6. TRAITEMENT ET ENRICHISSEMENT DE PHOSPHATE DE DJBEL ONK

### II. 6. 1. Préparation mécanique

L'unité de valorisation des phosphates de Djebel Onk située près de la ville de Bir El Ater traite le produit venant de la carrière. Les traitements consistent en un enrichissement du titre en TPL, soit par voie thermique (dépoussiérage) ou par voie humide (débouillage). Dans les deux cas, une préparation mécanique préalable est utilisée pour réduire la taille des grains et éliminer les fractions fines et grossières où se concentrent naturellement les matières indésirables (carbonates, silices, argiles, etc...).

*a) Concassage :* Cette opération a pour but la réduction des blocs du tout-venant alimentant l'usine de traitement, d'une dimension de 1 mètre jusqu'à une grosseur inférieure à 200 mm et 80mm pour les deux concasseurs suivants respectivement:

- Concasseur à cône giratoire « BABITLESS » d'une capacité de 1000 T/h ;
- Concasseur à percussion « HAZEMAG » menu d'un système de scalpage d'une capacité de 1000 T/h

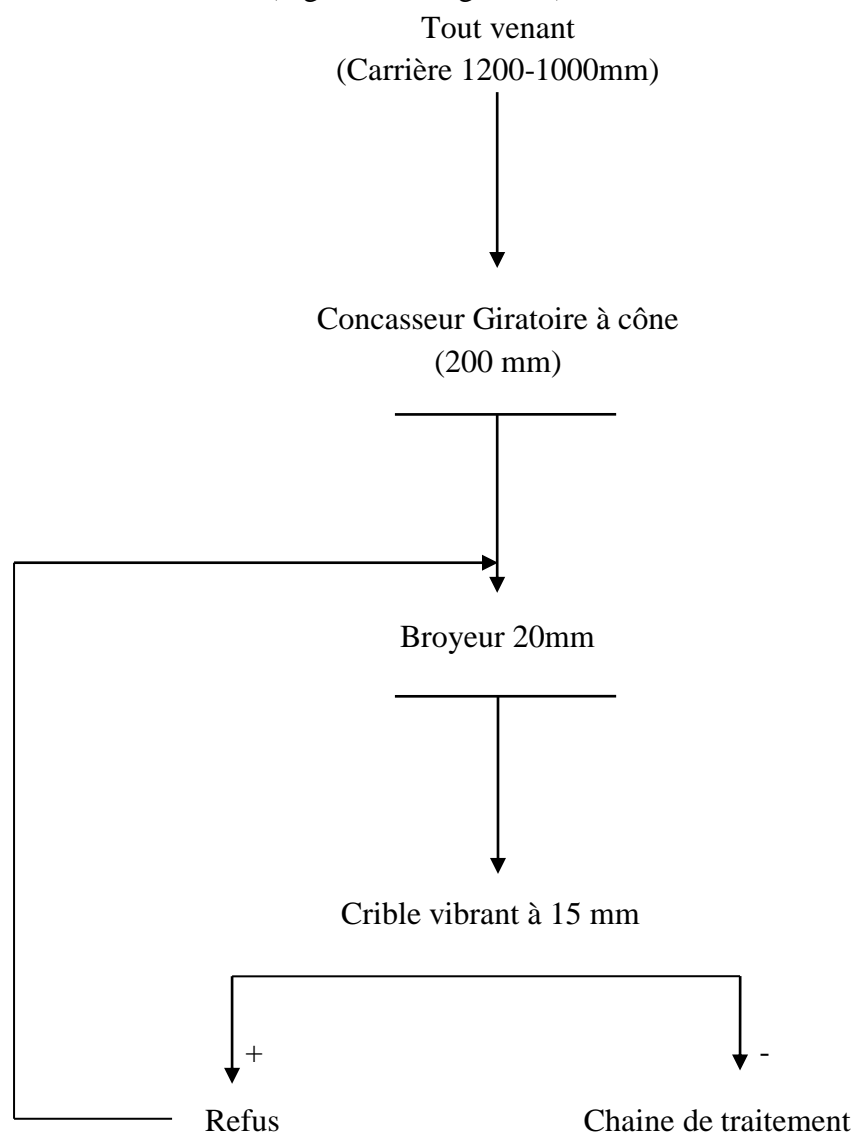
**b) Broyage :** est une opération de réduction des morceaux concassés à une dimension inférieure à 20 mm par les broyeurs suivants :

- Trois broyeurs à marteaux articulés «WEDAG» d'une capacité 300 T/h
- Broyeur à marteaux

**c) Criblage :** Cette dernière opération de la préparation mécanique consiste à séparer le minerai selon leur dimension sur une surface tamisée dont la maille est de 15 mm. Elle s'effectue au moyen des cribles suivants :

- Trois cribles vibrants inclinés «WEDAG» d'une capacité de 300 T/h.
- un crible «HAZEMAG» d'une capacité de 600 T/h.

Les produits criblés dont la taille est inférieure à 15 mm alimentent les deux voies de traitement : Sèche et humide (Figure. 9 et Figure.11)



**Figure. 8.** Schéma technologique de la préparation mécanique utilisé dans le complexe Djebel Onk [60].

## II. 7. PROCÉDES DE TRAITEMENT

### II. 7. 1. Traitement par voie humide

Le procédé de traitement par voie humide permet d'obtenir un produit final avec une teneur de 63% à 65% TPL (phosphate tricalcique on line). Il comprend quatre opérations : Débourage ; Calcination ; Lavage ; Séchage.

*a. Débourage :* Le but de l'opération est l'élimination des matières siliceuses qui peuvent nuire à la qualité du minerai prétraité. Après criblage le minerai est mis en pulpe au niveau du malaxeur, celui-ci passe ensuite sur les grilles courbes. Le produit ayant une taille supérieure à 1mm est appelé refus grille courbe : c'est la coupure haute.

Pour l'opération de Débourage il existe quatre grilles disposées en cascade, dans les trois premiers sont utilisées pour l'enrichissement du produit. L'alimentation en eau s'effectue avec un débit décroissant en raison de frictions qui se produisent au cours de l'opération.

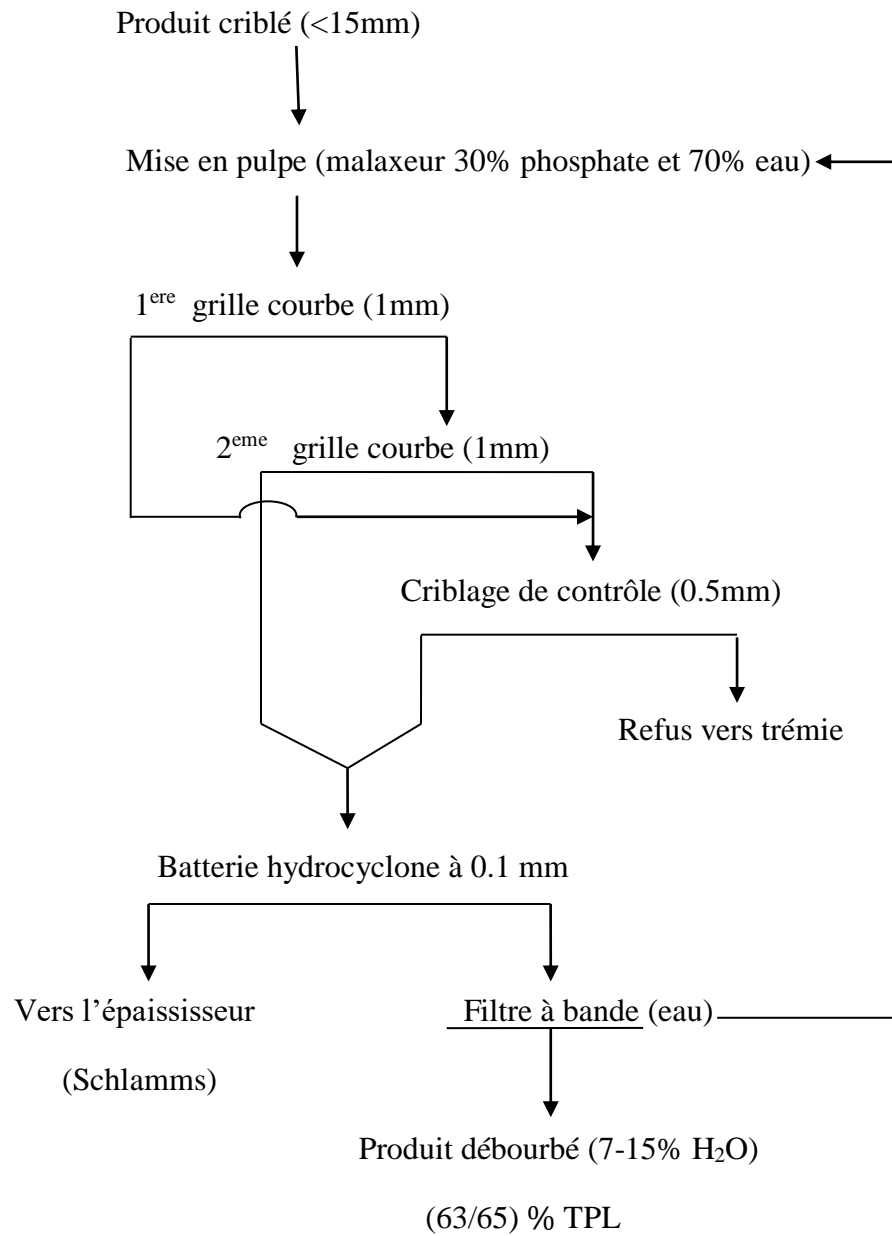
Les refus des trois premières grilles passent par une goulotte pour la grille de contrôle.

- Les refus sont transportés par convoyage vers l'extérieur.
- Les passants sont soumis à une séparation hydraulique au niveau des hydrocyclones pour débarrasser les fines particules c'est-à-dire la matière siliceuse.

Dans ces hydrocyclones s'effectuent la coupure basse en vue d'éliminer les particules dont la taille est inférieure à 80  $\mu\text{m}$ . Il est de type Dorrcclone.

Le principe des hydrocyclones se base sur la force centrifuge résultante de l'alimentation tangentielle sous pression du produit, sous l'influence de cette force et de la concentration du milieu les particules solides se dirigent vers la pointe de la paroi en suivant des trajectoires en spirales de rayons différents (les matières siliceuses et le phosphate se séparent par des forces centrifuges qui déplacent le phosphate vers la souverse et les fines particules vers la surverse).

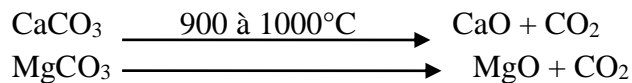
La souverse alimente deux filtres à bandes avec un taux d'humidité de 10 à 12 %. Le produit filtré est transporté par convoyage vers l'atelier de calcination (la teneur de débourage est comprise entre 63 à 65% TPL). La surverse qui représente la gangue est évacuée vers l'épaississeur pour la décantation ou l'eau est recyclée et la boue évacuée vers l'Oued.



**Figure. 9.** Schéma technologique de la voie humide (Atelier débouillage) [60].

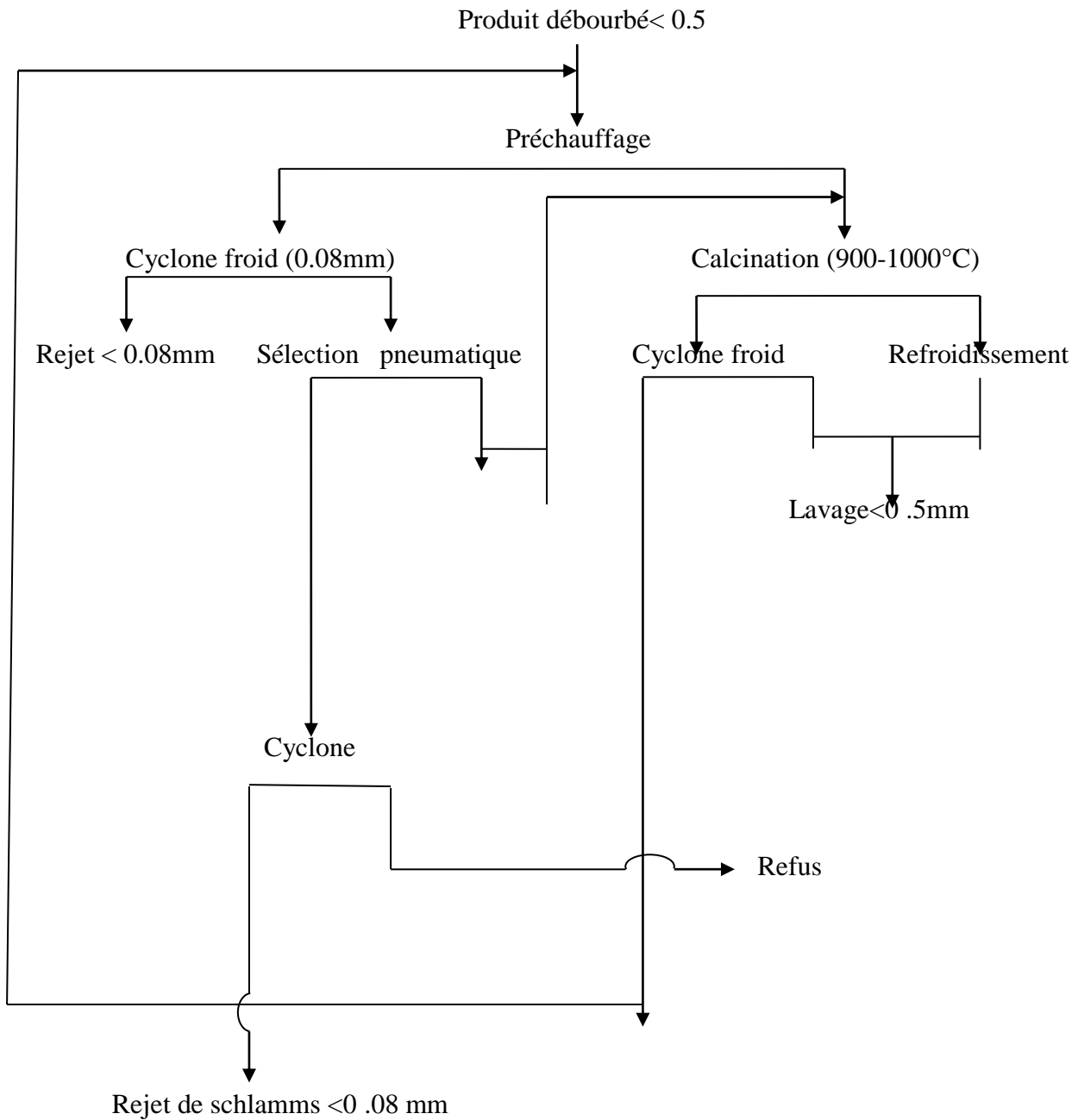
**b. Calcination (procédé arrêté) :** La calcination est une technique utilisée depuis longtemps pour valoriser en particulier les minerais de phosphates à gangue carbonatée.

Le but de cette opération est de porter le minerai débouffé à une température de 900 à 1000°C qui permet l'élimination des matières siliceuses et la dissociation des carbonates selon la réaction :



L'atelier de calcination de Djebel Onk comporte trois fours constitués de trois compartiments à savoir :

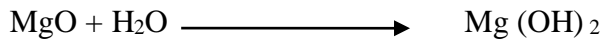
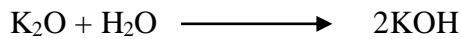
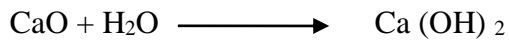
- ✓ Le séchage et le préchauffage du minerai.
  - ✓ La calcination proprement dite effectuée par des réacteurs de fluidisation.
  - ✓ Le refroidissement.
- *Compartiment de préchauffage :* L'objectif est de sécher et préchauffer le minerai provenant de l'atelier de débouffage au moyen de gaz chaud dépoussiéré à des températures 280 à 300°C qui est reparti sur toute la surface du premier compartiment. Les gaz sortants sont dépoussiérés dans un ensemble de deux cyclones dits « cyclone » disposés en série, puis les surverses sont évacués vers l'atmosphère. La souverse des deux cyclones froids va rejoindre le minerai séché et préchauffé qui est déjà transféré munie d'une valve permettant de réguler la quantité de solide transférée tout en réalisant l'étanchéité du gaz.
  - *Compartiment de calcination :* le compartiment de calcination contient un lit d'environ 1,5 m de minerai fluidisé au moyen d'air chaud provenant du compartiment de refroidissement qui passe au moyen de tuyères sur toute la surface du compartiment. Le fuel est introduit dans les compartiments de calcination au moyen de 24 injections autour du compartiment. Les combustions réalisées dans ce lit permettent de maintenir la température à une valeur donnée (900 à 950°C) dans les compartiments de préchauffage et de calcination, le calcaire et la magnésie sont dissociés en chaud et le gaz carbonique est libéré. Les gaz sortant du compartiment de calcination sont refroidis par addition d'air froid et sont dépoussiérés dans un cyclone dit « cyclone chaud ». Le produit issu du cyclonage est transféré dans un compartiment de refroidissement au moyen d'un conduit de transfert muni d'une valve permettant de réguler la quantité de solide tout en réalisant l'étanchéité.
  - *Compartiment de refroidissement :* le compartiment de refroidissement contient à son tour un lit d'environ 0,6 m de minerai fluide au moyen d'air froid introduit par l'intermédiaire d'une boîte à vent et fournit par un ensemble de surpresseurs, l'air chaud sortant de ce compartiment est utilisé au compartiment de calcination pour fluidisation.
    - Le minerai calciné et refroidi est mis en pulpe dans une bache avec une pompe de reprise.
    - Le titre après le procédé de calcination est de 70-71% TPL.
    - Le minerai calciné mise en pulpe est évacué à l'aide d'une pompe vers l'atelier de lavage.



**Figure. 10.** Schéma technologique de la calcination [60].

*c. Lavage* : après la décomposition des carbonates et le dégagement du gaz carbonique opéré un niveau de la calcination, le minerai subit un lavage qui consiste en l'élimination des sels

alcalins ( $K_2O$ ,  $Na_2O$ ) et de la chaux ( $CaO$ ,  $MgO$ ) soit par dissolution, soit par mise en suspension dans l'eau sans apport de réactifs chimiques, selon les réactions :



✓ Le secteur de lavage est divisé en deux sous groupes:

- Lavage de tête
- Lavage des rejets

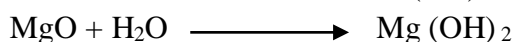
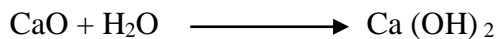
La mise en pulpe est réalisée au niveau du secteur calcination, ensuite la pulpe passe dans le secteur de lavage par trois phases : lavage de tête, boues pulsées, lavage des rejets.

Le produit calciné passe par un silo de répartition vers les bâches de stockage ou vers les bâches d'alimentation, en passant dans une pompe placée au niveau du sol qui le refoule dans la batterie cyclone .On y dispose de trois batteries cyclones :

- Batterie cyclone 323A
- Batterie cyclone 323B
- Batterie cyclone 323C

La surverse se dirige vers l'épaississeur de débouillage pour l'égouttage et le souverse passe directement vers les bacs pulsés. Dans cet atelier existe six bacs pulsés contenant chacun des plateaux de 25 trous disposés l'un sur l'autre. Ce qui permet une bonne agitation et le déplacement du minerai en régime turbulent. Ces plateaux produisent la fluidisation du produit par turbine couplée à un moteur électrique, l'alimentation de la pulpe se fait par le haut et celle de l'eau par le bas. Le phosphate est mis en suspension par le mouvement ascendant de l'eau et le mouvement descendant des particules.

Le lavage dans les bacs pulsés est l'étape principale du procédé, la pulpe est lavée à contre-courant d'eau recyclée d'un bac à l'autre. Dans cette phase (bacs pulsés) le lait de chaux est transféré par réaction chimique en chaux, selon la réaction suivante :



La surverse des bacs pulsés passe dans un carbonateur pour une carbonatation de la chaux éteinte ( $CO_2$  utilisé dans cette carbonations provient du procédé de calcination). La souverse des bacs pulsés passe par une batterie d'hydrocyclone pour la réalisation d'une coupure inférieure, les schlamms sont acheminés vers l'épaississeur pour la décantation tandis que la souverse des hydrocyclones est transportée vers la colonne plissée pour réévaluer le minerai avant un second hydrocyclonage dont la souverse est soumis. A un essorage afin de réduire le taux d'humidité (12-14%). La teneur obtenue après séchage est de 73-77 % TPL.

**d. Séchage :** Le séchage est une opération d'égouttage des produits humides d'enrichissement basé sur la vaporisation d'humidité des minerais en les chauffants dans des fours.

Le séchage est un processus complet de fusion dont il est déterminé par la vitesse de diffusion de l'eau des couches intérieures au milieu gazeux, s'effectue par la différence de pression de vapeur d'eau dans le milieu gazeux et près de la surface du minerai à sécher. Le minerai séché se décharge dans la bande du transporteur principal, tandis que les fines qui sont aspirées par le courant d'air sont recyclées dans un cyclone sous l'influence de leurs poids, elles passent dans une tuyère où s'effectue encore le recyclage. Les particules récupérées tombent sous l'effet de leurs poids et les particules très fines sont évacuées vers l'atmosphère avec les vapeurs d'eau.

## II. 7. 2. Traitement par voie sèche

Le dépoussiérage est une méthode de traitement du minerai par voie sèche basée sur les propriétés physico-chimiques des particules. Il consiste en l'élimination des matières siliceuses à sec en se basant sur les caractéristiques physiques du minerai et du stérile, la différence de densité et leur résistance mécanique aux forces appliquées sur la masse lors du traitement.

Le produit broyé et criblé est reçu dans une trémie avec une humidité de 3 à 7% et une teneur moyenne de 56% TPL. Ce traitement consiste à diminuer l'humidité du produit jusqu'à 1% avec une teneur en TPL variant de 66 à 68%, ce produit est appelé dépoussiéré.

Le dépoussiérage s'opère en cinq phases :

- Séchage du minerai criblé en lit fluidisé.
- Pré criblage à 2 mm.
- Broyage à percussion.
- Turbo séparateur ventilé (T.S.V).
- Post criblage à la maille de 100µm.

**a. Le séchage du minerai criblé en lit fluidisé :** Il est réalisé à l'aide d'un four à lits fluidisé. La température de combustion atteint jusqu'à 1200°C. Après la préparation le produit est reçu dans une trémie de stockage (400t), puis à l'aide d'un distributeur alimente les deux fours identiques. Ils sont constitués d'une chambre cylindrique briquetée avec une chambre de combustion qui produit de la flamme. L'air de combustion et l'air de dilution insufflé de l'air chaud dans le four. Le toit du four est relié à un exhausteur pour aspirer les gaz et les fines particules vers l'atmosphère. Les gaz chauds passent de la chambre de combustion dans la boîte à vent, puis dans le compartiment du séchage à travers les tuyères pour assurer la suspension du produit et lui faire une séparation granulométrique. Les particules les plus fines s'envoient avec les gaz vers un ensemble de cyclones primaires et secondaires, tandis que les plus grosses sont déchaînées à la sousverse du lit par une vanne à glissière automatique. Le dispositif offre la possibilité de faire varier le niveau du lit du séchage dans les proportions très appréciables, donc de modifier le temps de séjour du produit dans le flux d'air chaud afin



d'obtenir la qualité du séchage désirée et d'améliorer éventuellement la séparation du produit ( la température du lit désirée varie entre 110 -130°C ).

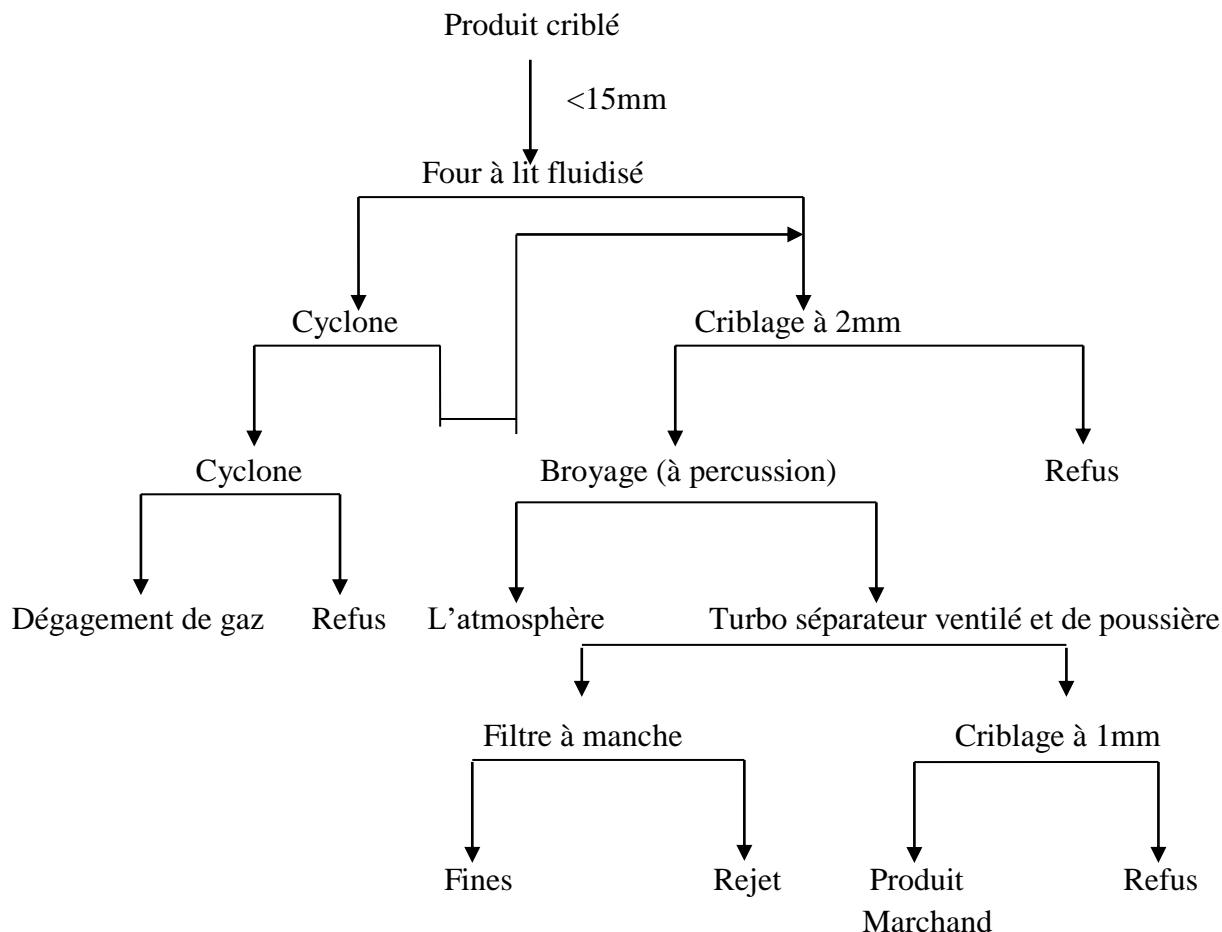
Le produit séché (à 120°C) et le produit de cyclonage sont rassemblés et acheminés à l'aide d'un convoyeur à bandes vers le crible à 2 mm. Les fines récupérées par le second cyclone sont transportés par la chaîne métallique vers la trémie de stérile.

**b. Criblage à 2 mm :** Cette opération est réalisée par deux cribles vibrant d'inclinaison 45° entrent dans la séparation afin d'éliminer les stériles supérieurs à 2 mm qui seront stockés par la suite dans la trémie.

**c. Broyage (attrition) :** L'attrition est une opération visant à détacher les particules fines qui adhèrent aux grosses par friction des particules les unes contre les autres. L'objectif premier de broyage par attrition est la libération des grains riches en TPL et la diminution de la granulométrie qui sont ensuite récupérés par aspiration.

**d. Sélection pneumatique (0,08 à 0,8mm) :** Pour l'élimination des fines à bas titre en TPL par une séparation granulométrique à 90µm, dans un courant d'air, les fines sont entraînées par courant d'air ascendant tandis que les grosses tombent sous l'effet de leur poids, les particules ayant les dimensions <100µm sont récupérées par les filtres à manches pour la filtration et l'évacuation dans la trémie 546 à l'aide des aéroglisteurs.

**e. Criblage à 1 mm :** Elle permet l'élimination de stériles supérieurs ou égales à 1 mm. Les différentes expériences et analyses granulométriques réalisés ont montré que la tranche de minerai riche en phosphates est comprise entre 0,1 et 1 mm.



**Figure. 11.** Schéma technologique de l'atelier de dépeussierage (0,100-1,00 mm) (66/68) % TPL [60].

## II. 8. CONCLUSION

Les phosphates de la région de Djebel-Onk font partie d'un vaste ensemble de gisements phosphatés formés à la période Fini Crétacé–Eocène sur les rives Sud et Sud Est méditerranéennes. Ces concentrations d'intérêt économique sont exploitées près de la ville de Bir El Ater (Wilaya de Tébessa) par l'entreprise nationale SOMIPHOS

Les grandes laveries du monde traitent le minerai de phosphate par la méthode de la flottation inverse, qui donne un produit très riche avec peu de perte .Les différents types de réactifs utilisés ainsi que leurs consommations dépendent de la nature du minerai. Le degré de libération des composants utiles pour la fiabilité de la flottation (degré de libération des minéraux ou broyage) sont des éléments indispensables pour le procédé de flottation. La théorie générale de la fracture permet une meilleure compréhension des mécanismes de fragmentation et apporte des éléments indispensables à l'interprétation des phénomènes observés[61].

# CHAPITRE III

## *Etude d'échantillonnage*

**CHAPITRE III : ETUDE D'ECHANTILLONNAGE ET METHODES D'ANALYSE****Introduction :**

L'objectif de l'échantillonnage est de prélever une partie représentative d'un ensemble ou d'un lot de minerai pour déterminer avec la plus grande précision possible la teneur moyenne en divers éléments de cet ensemble.

Un échantillonnage systématique des affleurements phosphatés a été effectué dans la région de Tébessa Nord. Les phosphates de Tébessa Nord ont été échantillonnés au niveau du gisement de Bled El Hadba dans le bassin minier de Djebel Onk pour les analyses minéralurgiques et un échantillonnage par tranché pour les analyses chimiques [58].

**III. 1. METHODE DE PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS**

L'étude a été réalisée par plusieurs méthodes d'analyses qualitative et quantitative, permettant de mieux définir les caractéristiques granulométriques et chimiques.

Un échantillonnage systématique des affleurements phosphatés des trois sous couches principales en fonction de la structure du gisement (sommitale, principale et basale).

Pour les analyses granulométriques et chimiques, les échantillons étudiés ont été prélevés par tranchées, réparties en trois couches principales en fonction de la structure du gisement (sommitale, principale et basale). Ils nous ont été fournis par l'entreprise d'exploitation de Fer et de phosphate (FERPHOS).

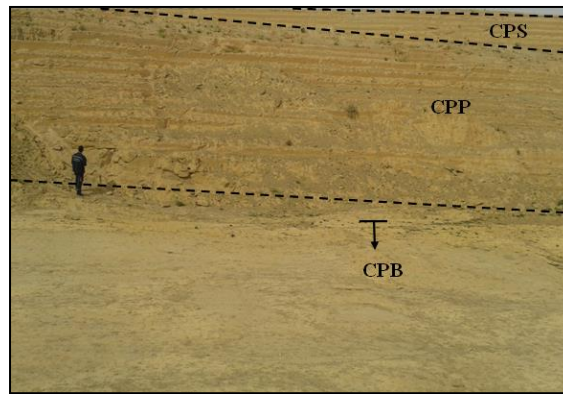
En règle générale, les couches de phosphate ont d'abord été nettoyées puis ameublées progressivement par le bulldozer avant leur chargement.

Au totale trois échantillons ont été prélevés dans deux tranchées du lit supérieur (Couche sommitale), deux tranchées du lit intermédiaire (Couche principale) et trois tranchées du lit inférieur (Couche basale). Le choix de la position de la tranchée a été essentiellement déterminé par son accessibilité pour le bulldozer et la chargeuse.

Selon les altitudes indiquées pour la fosse à ciel ouvert et en supposant un pendage général des couches d'environ 7°degrés, les épaisseurs réelles échantillonnées pour chacun de ces lits sont à peu près les suivantes :

- Lit supérieur : 5 m
- Lit intermédiaire (principal) : 11 m
- Lit inférieur : 2,5 m

Les échantillons de chaque lit ont été déversés sur le terrain plat au-dessus de la fosse à ciel ouvert et concassé jusqu'à un certain point au moyen de la pelle de la chargeuse (Fig.15). Les tas déversés ont ensuite été aplatis, divisés et la moitié du matériau a été échantillonnée par la chargeuse et transportée par camion jusqu'au site de l'usine [62 ].



**Figure. 12.** Contacte entre les trois sous couches du minerai de phosphate [58]

Les lits de phosphate échantillonnés de BEH étaient clairement identifiables (Figure. 12) d'après les observations suivantes :

- Le lit de phosphate supérieur (la couche sommitale) est de couleur beige, très dur, à grains relativement grossiers et coloré dans sa partie inférieure par de l'hydroxyde de fer. La présence de dents de requin, de débris d'os et de bivalves peut être observée dans sa partie inférieure.
- Le lit phosphate intermédiaire (la couche principale) de Bled El-Habda est de couleur brune, à grains fins et friables.
- Le lit de phosphate inférieur (la couche basale) est de couleur beige et dur. Il présentait des intercalations de marnes blanches d'une épaisseur pouvant atteindre 20 cm. La base de ce lit était clairement délimitée par la présence de schiste brun foncé.

## III. 2. CONSERVATION ET PREPARATION DES ECHANTILLONS SUIVANT LES MODES D'ANALYSE

### III. 2. 1 METHODOLOGIE DE LA REALISATION DES LAMES MINCES

L'étude pétrographique a été effectuée à l'aide de l'examen microscopique sur des lames minces. La réalisation de ces lames sur les phosphates nécessite une préparation particulière à cause leur friabilité dans la plupart des cas. Une induration de l'échantillon est donc nécessaire, afin de pouvoir procéder au découpage, polissage et collage.

Les lames minces ont confectionnées au niveau de l'atelier des lames minces du département de Géologie, Université Annaba. Les étapes de consolidation des échantillons de phosphates friables sont [60].

**a. Echantillonnage :** Les 09 échantillons ont été prélevés du gisement de Bled El Hadba sont numérotés, étiquetés et classés par intervalles d'échantillonnages variant entre 1 à 2 m.



**Figure. 13.** Sériés des échantillons prélevés.

**b. Découpage :**

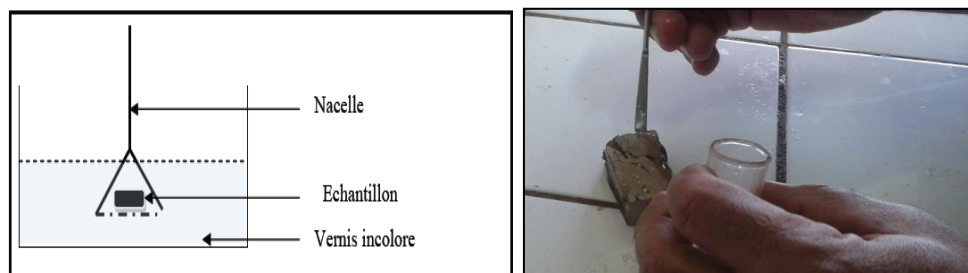
Le découpage s'effectue de cette manière



**Figure. 14.** Réalisation des tranches

**c. Séchage :** Les échantillons de phosphates numérotés et orientés sont placés sur une plaque chauffante pendant 2 à 3 heures sous une température qui ne dépasse 100°C. Cette opération permet l'élimination de l'humidité.

**d. Imprégnation :** Après le séchage, l'échantillon est imprégné par la résine goutte à goutte sous vide, afin d'éliminer les bulles d'aires. Il existe aussi, une autre méthode qui consiste l'imprégnation de l'échantillon qui doit être immergé dans le vernis incolore au lieu d'une résine jusqu'à la sortie des bulles d'aire, en générale. Cette opération s'effectue à l'aire libre pendant 10 minutes ou plus. La proportion de diluant la plus couramment utilisée est de 15 % (Fig. 15). L'avantage du vernis incolore c'est l'efficacité de l'imprégnation par rapport la résine qui fait un film sur l'échantillon.



**Figure. 15.** Imprégnation des échantillons de phosphate au vernis incolore.

**e. Durcissement :** Le durcissement s'effectue à chaud dans l'étuve utilisé pour le séchage où la température est sous 100° C pour éviter la carbonisation de l'échantillon. L'induration se fait en une heure. Il est nécessaire de surveiller l'échantillon au cours de l'induration. Si sa surface s'assèche, il faut tremper à nouveau dans le vernis et recommencer l'opération jusqu'à ce que l'échantillon reste enduit de vernis.

Après la phase de durcissement, l'échantillon peut subir les opérations de préparation classique des lames minces (sciage, polissage, collage ...).

On choisit l'endroit exact selon le faciès pour réaliser le sucre (selon les recommandations, puis on coupe).

**f. Les opérations de préparation classique des lames minces :**

*Dressage d'une facette du sucre*

- Pré polisseur double poste.
- Utilisation d'abrasif à base de corindon.
- Assurer une planéité totale d'une facette du sucre.

*Préparation du porte objet*

- Boite de porte objet de 100 lames
- Emplacement des portes objets dans le plateau porte échantillons de la rectifieuse multi plaques.
- Micromètre comparateur à cadran.

*Nettoyage à l'ultrason et séchage*

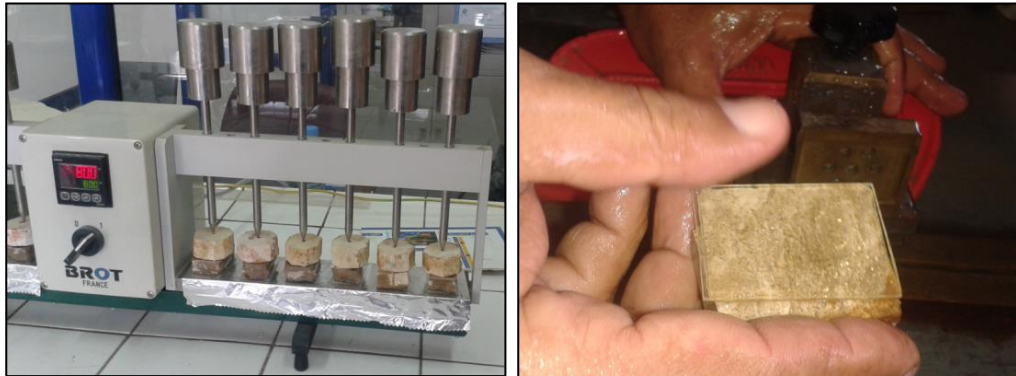
- Elimination de toutes matières en suspension dans une cuve à ultrason. L'eau distillée est très recommandée ;
- Elimination de toute humidité à l'aide d'une plaque chauffante réglée à 75 -80 °C ;
- Diminution de la température jusqu'à 40-45 °C et chauffage des portes objets.



**Figure.16.** Une cuve à ultrason

- Mélange des deux solutions de la colle Epoxy tin section (résine + durcisseur selon des proportions de poids connues) ;
- Etaler la colle sur la facette polie du sucre ;

- On applique la face du verre dépoli sur la colle du sucre et on appuie jusqu'à l'élimination totale des bulles d'air ;
- On doit gratter le dos du verre avec une lame métallique pour supprimer la colle qui peut exister dessus avant de faire l'arasage.



**Figure. 17.** Collage du verre sur le sucre.

#### *Arasage du sucre*

Arasage du sucre et ne laisser qu'un mm (1) d'épaisseur de roche, Ne pas oublier de recopier le code de l'échantillon sur le dos de la lame à l'aide d'un stylo à pointe diamant.

#### *Rectification*

Réglage du micromètre de telle sorte qu'il ne reste que  $30\mu\text{m}$  d'épaisseur de roche sur le porte objet. On a déjà l'épaisseur de la lame après dépolissage  $1600\mu\text{m}$  qu'on lui rajoute  $30\mu\text{m}$  ça fait  $1630\mu\text{m}$  donc on règle le micromètre à  $1630\mu\text{m}$ .



**Figure. 18.** Réglage du micromètre.

#### *Polissage de finition*

- Tissu monté sur le disque tournant de la polisseuse ;
- Polisseuse automatique Brut.

#### *Vérification au microscope optique polarisant*

L'opérateur s'assure de la qualité des lames sous le microscope. En cas où il constate que la lame n'a pas atteint encore les  $30\mu\text{m}$  (minéraux indicateurs quartz et calcite), il recommence la rectification en faisant très attention au réglage du micromètre).



*i. Critères faciologiques* : L'étude pétrographique effectuée sur lames minces a permis de décrire et de recenser les éléments figurés avec leurs ciments (matrices). Les résultats de cette étape, vont permettre de suivre l'évolution lithologique verticale de dépôt. Ces lames ont été examinées microscopiquement sous lumière naturelle analysée et sous lumière polarisée analysée. Les éléments figurés rencontrés dans les phosphates au niveau des secteurs étudiés sont représentés par : les pellets, les coprolithes, la glauconie, les débris Osseux.

### III. 2. 2. PREPARATION MECANIQUE

Les échantillons bruts issus des trois sous couches mentionnées précédemment nous ont été livrées par l'entreprise d'exploitation de ce matériau « SOMIPHOS ». Toutefois, la mesure des caractéristiques d'un matériau nécessite la présence d'un échantillon, le plus représentatif possible, d'un lot de matière dont il est issu en plus de sa forme permettant d'effectuer les analyses et les contrôles requis.

Le minerai tout-venant est soumis à un traitement mécanique qui consiste en des opérations d'homogénéisation, de concassage, de quartage et de tamisage.

Le minerai tout-venant subit un concassage jusqu'à 2 mm, une homogénéisation et ensuite une série de quartage jusqu'à l'obtention d'un échantillon de base (0 - 2 mm).

- Les différentes classes granulométriques obtenues après séparation par tamisage à voie sèche (de 100 à 2000  $\mu\text{m}$ ) a été réalisé à l'aide d'une tamiseuse vibrante de marque FRITSCH AS 200. Elle est équipée d'une série de tamis de norme SAULAS. Le temps de tamisage est fixé à 30 minutes.

- Le broyage (< 100  $\mu\text{m}$ ) a été réalisé sur un broyeur à mâchoires de marque FRITSCH, RM200. Les conditions de broyage utilisées sont : temps de broyage 10 à 15 minutes et vitesse de rotation 200 Tr/minute.

En se basant sur les études antérieures [56] et [63]. Sur ce type de minerai, nous avons limité la durée de tamisage à 10 ou 15 minutes pour éviter que l'erreur due à l'effet de broyage (attrition) soit importante.

### III. 3. CONSERVATION ET PREPARATION DES ECHANTILLONS SUIVANT LES MODES D'ANALYSE

#### III. 3. 1. ANALYSES MINERALOGIQUE

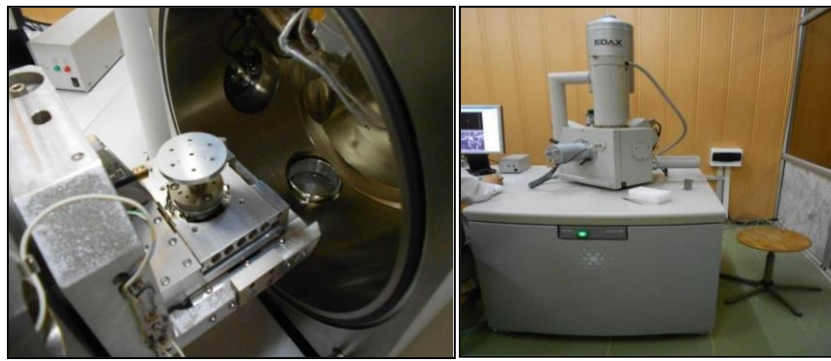
*a. Microscope optique* : L'examen macroscopique utilise l'œil nu, une loupe binoculaire ou un microscope métallographique fonctionnant par réflexion. Les observations se font soit sur des lames minces, soit sur des sections polies ou soit sur le produit directement. L'obtention de la surface d'examen nécessite une suite d'opérations allant du prélèvement effectué sur le produit au polissage.

*b. Observation au Microscope électronique à balayage (MEB)* : L'analyse par microscopie électronique à balayage permet de déterminer la morphologie et la nature élémentaire des espèces présentes dans un échantillon et d'estimer la quantité de ces éléments dans l'échantillon à un endroit précis ou réaliser une cartographie sur toute la surface. Cette analyse

permet, dans un premier temps, de confirmer les espèces identifiées par DRX et par la composition chimique de l'échantillon.

Le principe du balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dans le balayage et exactement synchronisé avec celui du faisceau incident. Le microscope à balayage utilise un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'électrode.

Le microscope à balayage électronique utilisé dans notre cas, est de type S440 de LEICA avec filament en tungstène composé d'une colonne à électrons, d'un circuit à vide et de la partie électronique. L'ensemble est commandé par un micro-ordinateur. Le canon installé tout en haut de la colonne, produit un faisceau d'électron qui est focalisé en une fine sonde, de moins de 5 nm, sur l'échantillon avec un balayage. Les électrons émis par l'échantillon sont collectés par un détecteur et convertis en un signal qui est amplifié. La résolution permet de réaliser des grossissements de l'ordre de 200 000 fois.



**Figure. 19.** Appareillage MEB utilisé pour les observations microscopiques des échantillons.

**b. Diffraction des rayons x (DRX) :** La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. Cette méthode ne s'applique, jusqu'à récemment, qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles...).

Le principe de cette méthode consiste à exposer les plans réticulaires de l'échantillon à un faisceau de rayons X monochromatique qui se produit d'un bombardement d'une anticathode ou anode (les plus utilisés en général sont le cuivre avec une raie de 1,54 Å ou le molybdène avec une raie de 0,709 Å) par des électrons arrachés d'un filament de tungstène accélérés par un champ électrique. L'échantillon à son tour diffracte le faisceau incident à certains angles spécifiques suivant la loi de Bragg (Pour avoir une Diffraction, il faut que la différence de chemin parcouru entre deux ondes soit un multiple de la longueur d'onde  $\lambda$ ) :

$$2. d. \sin\theta = n\lambda$$

Avec :

$\lambda$  : Longueur d'onde du tube émetteur ;

d : Distance interarticulaire ;

$\theta$  : Angle de diffraction.

L'enregistrement du signal par un détecteur s'appelle "diffractogramme" considéré comme une empreinte digitale, elle présente les angles et les intensités des pics de diffraction

obtenus. L'indexation de ces pics est réalisée à l'aide de base de données spécifiques permettant l'identification de ou des composés présents.

L'analyse minéralogique est réalisée par la diffraction des rayons X à l'aide d'un diffractomètre de poudre de marque X Pert Pro Panalytical en utilisant la raie du cuivre. Cette étude a pour but d'identifier la composition minéralogique des phosphates par sous couches de façon à orienter et proposer le traitement le plus adéquat.

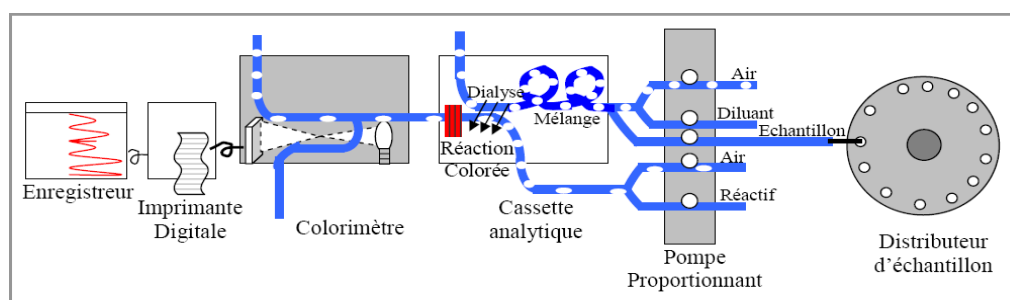
### III. 3. 2. ANALYSES CHIMIQUES

**a. Auto analyseur technicon :** Le système Technicon 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 évaluées de la mécanique de fluide pour réaliser la mesure rapide et faible des paramètres industriels les plus critiques, à des cadence de dosage pouvant atteindre 120 échantillons par heure.

Les systèmes auto analyseur ont une caractéristique commune : leur conception modulaire. Cette particularité permet de les adapter à tous les besoins analytique spécifique et en fait un remarquable outil de recherche doté d'une souplesse extraordinaire.

Dans l'auto analyseur, les réactions prennent place au sein de veines liquides à écoulements contenu, segmentées par des bulles d'air. Toutes les étapes d'analyse sont automatiques, depuis l'aspiration de l'échantillon jusqu'à la mesure de la concentration de la substance dosée. Dans le système l'Auto analyseur, on dépose les échantillons dans godets du distributeur. Une pompe proportionnant péristaltiques 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 (Figure. 20).



**Figure. 20.** Schéma Auto analyseur.

*Principe :*

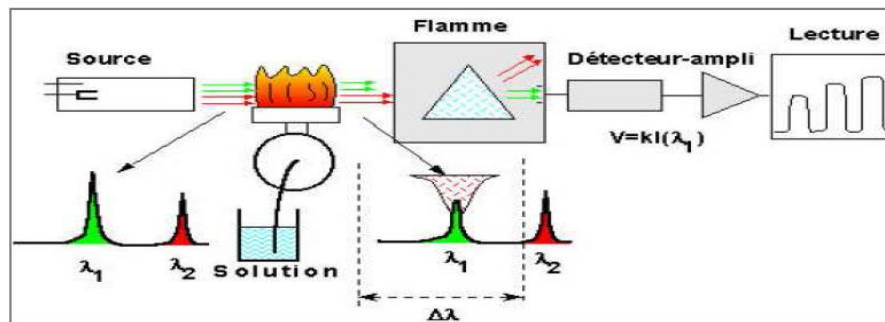
- Formation d'un complexe jaune entre les ions phosphorique vanadiques molybdiques ;
- Détermination spectrophotométrie automatique à l'aide de l'auto analyseur Technicon.

**b. Spectrophotométrie d'Absorption Atomique :** Dans le cas particulier de l'absorption atomique, on travaille sur des atomes libres à l'état fondamental ( $W_i=0$ ) : Ces atomes peut absorber des photons et passer ainsi à leurs différents états existés peu nombreux à cause des

règles de sélection qui interdisent le nombre total de combinaisons que l'on pourrait réaliser entre les états existés 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 différent 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.

Les photons absorbés étant caractéristique des éléments absorbants, et leur quantité étant prortionnelle au nombre d'atomes d'élément absorbant, l'absorption permet de mesurer les concentration des éléments quel'on a décidé de doser.



**Figure. 21.** Schéma de principe de Spectrophotométrie d'absorption atomique.

*Principe :* Détermination de la teneur en magnésium dans une solution d'essai par Spectrométrie d'Adsorption Atomique en présence de l'oxyde de lanthane ou chlorure de lanthane.

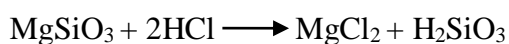
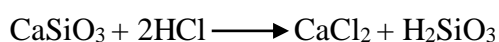
#### **c. Complexometrie EDTA :**

*Principe :* Sur une solution obtenue par attaque perchlorique ou nitro-chlorhydrique. Titrage complexometrie du calcium par EDTA en milieu alcalin à PH=12

En présence de triethanolamine pour bloquer certains ions gênants comme l'aluminium ou le Fer. L'indicateur utilisé est l'acide calcone carboxylique ou HHSNN

#### **d. Méthode par gravimétrique :**

*Principe :* L'attaque du phosphate en présence de l'acide borique  $H_3BO_3$  pour éviter la formation des composés volatils du silicium puis solubilisation de la silice en milieu acide



**e. Calcimètre de BERNARD :** Permet de mesure le volume de  $CO_2$  dégagé par action de l'acide chlorhydrique (HCL) sur le carbonate de calcium ( $CaCO_3$ ) d'un échantillon de sol ou de roche.

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

### **III. 4. Conclusion**

Les différentes méthodes employées sont des techniques permettant :

- de définir les mailles optimales de libération des éléments phosphatés et les minéraux de la gangue ;
- l'identification qualitative et quantitative des différentes phases minéralogiques présentes dans la matière première ;
- la composition chimique en éléments majeurs et en éléments traces ainsi que leur distribution par tranche granulométrique.

## *CHAPITRE IV*

*Etude comparative des différents  
types de broyeurs et leur influence  
sur la qualité de phosphate*

## CHAPITRE IV : ETUDE COMPARATIVE DES DIFFERENTS TYPES DE BROYAGES ET LEUR INFLUENCE SUR LA QUALITE DE PHOSPHATE, CAS DE DJEBEL ONK

### Introduction :

Notre étude porte sur les phosphates du gisement de Bled El-Hadba caractérisé par ses trois sous couches : sommitale, principale et basale. Le caractère de ce faisceau phosphaté nous permettra de faire une étude comparative de leurs propriétés granulométriques, pétro-minéralogique et chimique qui conduira certainement à une meilleure exploitation possible. Dans ce contexte, plusieurs méthodes et techniques d'analyses qualitatives et quantitatives sont utilisées. Il s'agit de la diffraction des rayons X (XRD), la microscopie optique et électronique à balayage (MEB).

### IV. 1. GENERALITE SUR LE BROYAGE

Le broyage est une opération unitaire visant à fragmenter un matériau pour en réduire la taille afin de lui donner une forme utilisable ou d'en séparer les constituants. À cette fin, le matériau est soumis à des sollicitations mécaniques qui entraînent une augmentation de son énergie libre.

Cette énergie, lors de la fragmentation peut être transformée suivant différents processus en énergie élastique (mettant en jeu les défauts de réseaux qui donnent naissance à la fissuration), en énergie de surface (progression des fissures et génération de fractures), et diverses autres formes d'énergie (avec comme possibles conséquences l'amorphisation superficielle ou massique des solides cristallins, l'agglomération, les transitions polymorphiques, les réactions mécano-chimiques).[61]

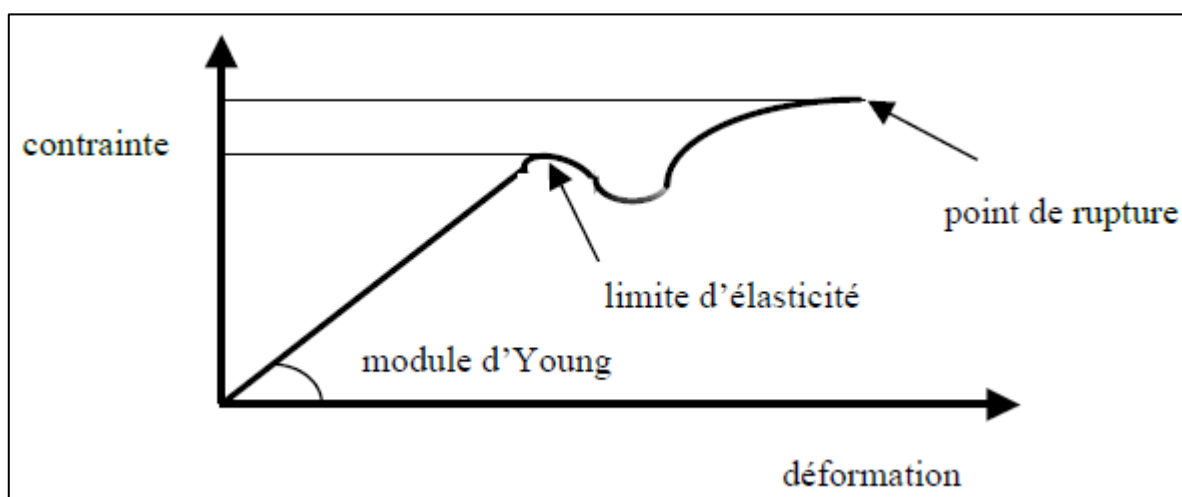


Figure. 22. Contrainte = f (déformations). [61]

## IV. 1. 1 Fracture et mécanismes de rupture des matériaux

### IV. 1. 1. 1 Physique de la fracture

L'application d'une contrainte croissante à un solide, engendre dans celui-ci des déformations qui aboutissent à la fragmentation. Pour des cas idéaux, la courbe représentant la déformation en fonction de la contrainte (figure.22) permet de distinguer deux grands domaines :

- dans une première zone, la déformation est une fonction linéaire de la contrainte (cette zone permet de définir le module d'Young :  $Y$ ), la déformation  $y$  est élastique et donc réversible.
- Si on augmente la contrainte et que l'on dépasse un point appelé limite d'élasticité, on entre dans un domaine dit de plasticité, dans lequel les déformations sont irréversibles. Ce domaine de plasticité se termine par un point de rupture ; la cassure du matériau intervient au franchissement de ce point.

Si le point de rupture est très proche du point de limite d'élasticité, la rupture est dite **fragile**, elle est alors brutale et se propage à grande vitesse suivant des surfaces de cohésion minimale.[61]

Lorsque le point de rupture est situé après un large domaine de plasticité, la rupture est dite **ductile**, elle est progressive et nécessite le maintien de la contrainte jusqu'à la séparation des fragments.

Les courbes déformation-contrainte, permettent de classer les matériaux en trois grandes catégories :

- Les **matériaux " fragiles "** (cassants) ne présentent pas de domaine d'élasticité, ils se brisent au choc sans absorber beaucoup d'énergie ; les morceaux peuvent être réassemblés comme un puzzle pour redonner la forme initiale.
- Les **matériaux " semi-fragiles "** ces matériaux se cassent en présence de défauts (une entaille peut conduire à la rupture) avec un début de déformation plastique.
- Les **matériaux " malléables "** qui présentent une grande plasticité et présentent de grandes déformations avant d'atteindre le point de rupture.

Des forces de contact appliquées sur un volume solide créent dans celui-ci un réseau de fissures qui va, de par sa densité et son orientation, conditionner la taille et la forme des fragments qui résulteront après la rupture du matériau. Le résultat d'une opération de broyage est donc la conséquence d'une part des propriétés du solide broyé, et d'autre part de la nature, de la répartition et de l'intensité des contraintes que lui appliquent l'outil de broyage.[61]

### IV. 1.1. 2 Modes de fragmentation :

Suivant le type de broyeur utilisé, les contraintes infligées au produit à broyer (figure. 23) sont de nature différente :



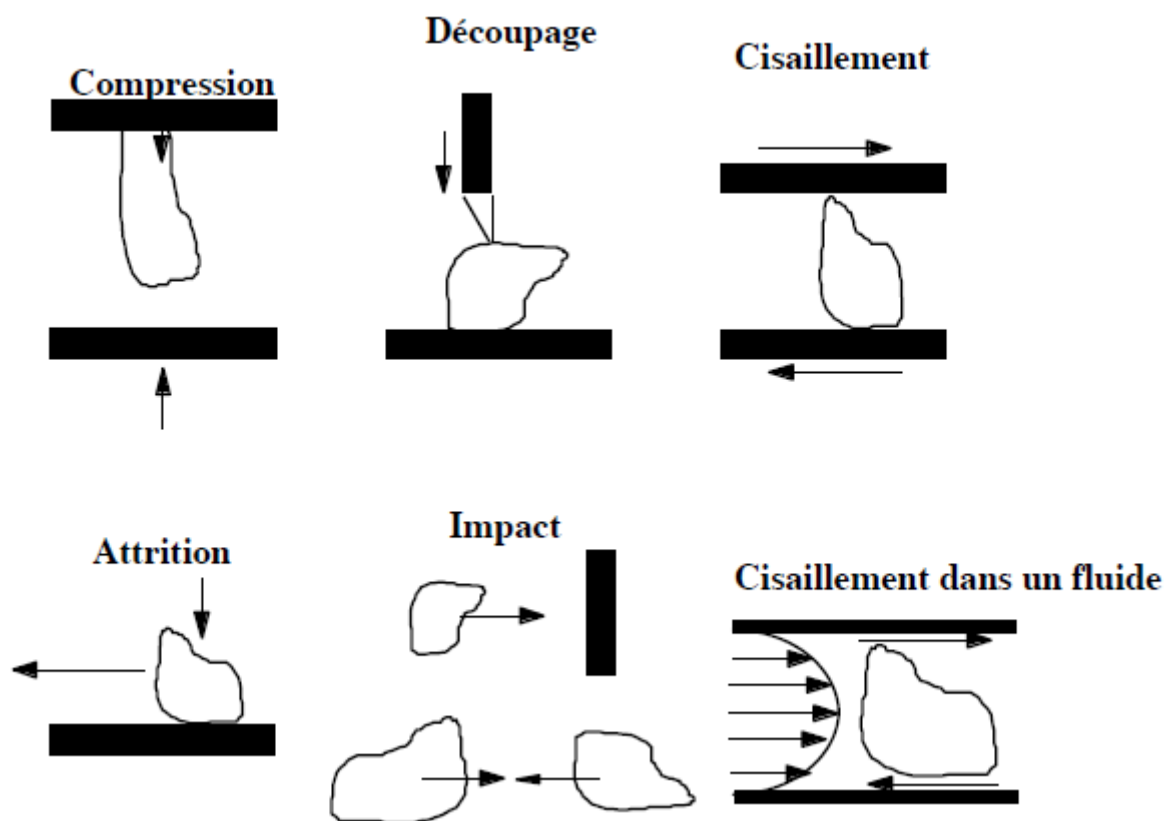


Figure. 23. Mode de fragmentation . [61]

- la compression ou l'écrasement sont souvent utilisés notamment dans les industries alimentaires où l'on retrouve fréquemment des broyeurs à cylindres lisses ou cannelés,
- les broyeurs à impacts permettent d'atteindre différents ordres de grandeur en terme de tailles, allant du broyage grossier avec les broyeurs à marteaux au broyage ultra fin avec les broyeurs à jets d'air en passant par le broyage fin avec les broyeurs à broches,
- le broyage par attrition est mis en œuvre dans les broyeurs à colloïdes ou broyeurs à disques,
- le découpage et le cisaillement qui permettent éventuellement l'obtention de produit de dimension finie (couteaux, dilacérateurs) sur des matières qui peuvent présenter une certaine élasticité.[61]

#### IV. 1. 1. 3 Mécanismes de fragmentation :

Suivant le matériau traité et le mode de fragmentation mis en œuvre, différents mécanismes de fragmentation restent possibles. On considère en général trois grands types de mécanisme de fragmentation qui compte tenu de l'inhomogénéité de la répartition des défauts structuraux des particules, interviendront souvent simultanément :

- l'**abrasion** consiste en une érosion de la surface des particules ; elle génère deux grandes populations : la première de taille voisine de la particule abrasée, la seconde constituée par les fragments arrachés étant une population de particules beaucoup plus fines que la population de départ. L'abrasion, a donné lieu à de nombreuses études notamment de la part des spécialistes de la fluidisation et des réacteurs catalytiques, domaine dans lesquels

ce mode de fragmentation est généré par un phénomène indésirable : l'attrition. L'attrition est définie comme une usure de deux particules dures par frottement.

- la **désintégration** résulte d'un apport énergétique suffisamment intense pour engendrer une contrainte qui dépasse largement le point de fracture. Les particules ainsi générées sont de petite taille devant celle de la particule mère et la distribution de taille de ces fragments est très étalée.
- le **clivage**, phénomène intermédiaire entre l'abrasion et la désintégration, engendre la production de particules du même ordre de grandeur que la particule mère, il résulte d'un apport énergétique juste suffisant à la propagation de fractures préexistantes dans le matériau traité.[61]

#### IV. 1. 2. Caractéristiques des matériaux à broyer

Le comportement d'un lot de particules vis-à-vis d'un processus de broyage va être étroitement lié à la nature de ces particules. Nous proposons ci-après un rapide inventaire des principales propriétés relatives à l'aptitude au broyage d'un matériau qui devront être prises en compte pour le choix d'un type de broyeur à utiliser.

Le choix d'un broyeur dépend principalement de trois facteurs :

- la nature de la matière première : est-elle abrasive, huileuse, dure, cassante, élastique, thermosensible, hygroscopique, ...etc.
- la distribution granulométrique (taille moyenne et variance) du produit que l'on cherche à obtenir.[61]
- le dimensionnement de l'unité industrielle : quantité et/ou débit

##### IV. 1. 2.1. Dureté

La dureté (ou inversement la fragilité) est vraisemblablement la propriété la plus couramment employée dans l'industrie. Elle traduit, au moyen de tests standardisés, la résistance du matériau à la propagation des fissures. On peut la définir comme l'aptitude d'une particule à résister à la pénétration d'une autre. Cette propriété est classiquement représentée sur l'échelle de Mohs (Figure 24) qui permet de classer les différents matériaux des plus " fragiles " aux plus " durs ". Il faut noter que dans les industries agroalimentaires les matériaux ont généralement une dureté au plus égale à 4 sur cette échelle.[61]

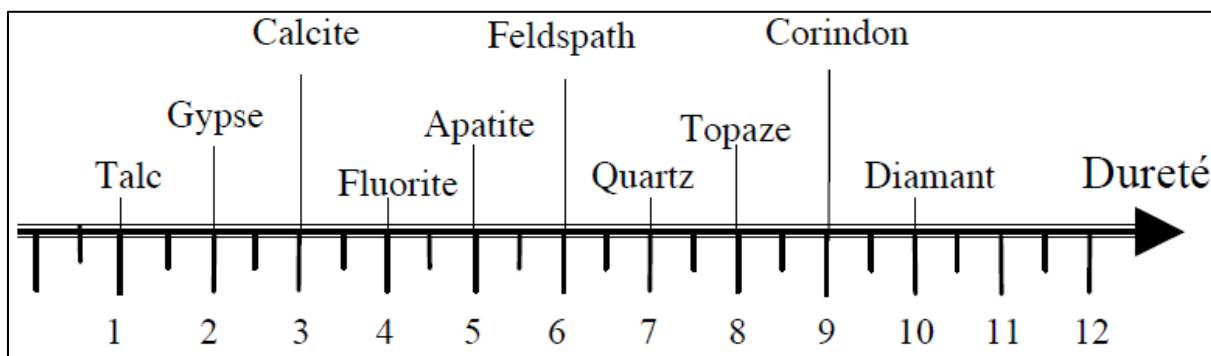


Figure 24. Echelle de dureté de Mohs. [61]

#### **IV. 1.2.2. Abrasivité**

Cette propriété est intimement liée à la précédente : c'est l'aptitude d'un matériau à user une surface. Elle est d'une grande importance économique : elle conditionne l'usure du broyeur par le matériau à broyer et la contamination du produit qui en résulte.[61]

#### **IV. 1. 2.3. Adhésivité**

L'adhésivité traduit l'aptitude des particules à se coller entre elles (agglomération) ou aux parois du broyeur. Cette caractéristique est liée à la taille et à la nature des particules ainsi qu'à leur taux d'humidité.[61]

#### **IV. 1.2.4. Forme**

La forme, ou plus généralement la structure des particules, joue un rôle fondamental dans les procédés de broyage. En effet, les propriétés d'usage des particules peuvent être liées à leur forme ; il conviendra alors de choisir le type de broyeur ayant le mode d'action convenable pour obtenir une forme donnée de particules.[61]

#### **IV. 1.2.5. Distribution de taille**

La distribution de taille des particules à broyer joue un rôle important dans le choix d'un broyeur, il sera notamment nécessaire d'envisager plusieurs étapes de fragmentation si le produit à broyer présente une distribution de tailles étalée. Par ailleurs il est rarement judicieux de vouloir broyer au maximum des possibilités d'une machine donnée ; en effet le "surbroyage" peut entraîner une ré-agglomération.[61]

#### **IV. 1.2.6. Les indices de mesure de ces propriétés (de Lubac, 1996)**

##### ***Indice de friabilité de Hardgrove***

Très utilisé dans les industries du charbon et des phosphates, cet indice caractérisant la friabilité est obtenu à partir d'un test réalisé dans un broyeur vertical à bille, à piste fixe, et l'index s'exprime en fonction de la masse du passant à une maille de 200 mesh soit 74 µm.

##### ***Indice de Bond***

Cet indice est défini par l'énergie consommée pour réduire un matériau de taille initiale théoriquement infinie à un produit dont 80 % en masse passe au travers d'un tamis à mailles carrées de 100 mm de côté. Bond a défini deux protocoles opératoires le premier mettant en œuvre un broyeur à boulets, le second mettant en œuvre un broyeur à barres.

##### ***Indice d'abrasion***

Défini par l'usure d'un matériau de référence SAE 4325 (acier Cr-Ni-Mo) au contact de l'échantillon de matière étudié dans un broyeur constitué d'un tambour rotatif (632 tours/min) dans lequel un barreau témoin placé perpendiculairement à l'axe du tambour tourne dans le même sens (74 tours/min) que ce dernier.[61]

## **IV. 2. LA CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES ECHANTILLONS**

### **IV. 2. 1 Analyses granulo-chimique**

Les échantillons étudiés ont été prélevés par tranchées, réparties en trois couches principales en fonction de la structure du gisement (sommitale, principale et basale). Le classement dimensionnel sert à déterminer la distribution pondérale des particules d'un matériau suivant leurs dimensions. Le classement dimensionnel du minerai brut obtenu après traitement mécanique a été réalisé par la méthode de tamisage en voie sèche à l'aide d'une tamiseuse vibrante sur une série de tamis d'ouvertures allant de 0 à 16 mm.

Les différentes classes granulométriques obtenues après séparation par tamisage subiront un broyage jusqu'à des dimensions inférieures à 100 µm, pour faciliter les attaques chimiques lors des traitements postérieures.

En se basant sur les études antérieures [56] et [63]. Sur ce type de minerai, nous avons limité la durée de tamisage à 10 ou 15 minutes pour éviter que l'erreur due à l'effet de broyage (attrition) soit importante.

Les minerais phosphatés sont définis d'après leur teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ou en terme de pourcentage de phosphate tricalcique (TPL ou BPL : Bone Phosphate of Lime) qui est le produit phosphaté de base (1 TPL = 2,185 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>).

Les différents dosages des éléments constituant ces phases minéralogiques (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, MgO, CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, etc....) et de la perte au feu ont permis de déterminer la répartition des éléments et leur liaison avec les phases minérales.

Les analyses chimiques des échantillons de phosphate bruts issu des trois sous couches et ceux des classes granulométriques, préalablement broyés (< 100 µm) ont été réalisées au laboratoire de FERPHOS par les méthodes suivants:

- la spectrophotométrie du phosphomolybdate ;
- la spectrométrie d'absorption atomique (S.A.A) ;
- la calcimétrie.

Les tableaux (4, 5 et 6) et les figures (26, 27 et 28) illustrent les pourcentages pondéraux en refus et en cumulés pour les trois sous couches de phosphates étudiées sommitale principale et basale.

Il ressort de ces résultats que la majeure partie de la masse globale des échantillons étudiés (40,10, 60,70 et 37,40 %) sont représentées par les tranches granulométriques de dimensions 0,100 à 0,315 mm. Elles constituent ainsi la maille de libération optimale de séparation des éléments phosphatés (24,50, 30,30 et 26,60 %) en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Toutefois, les tranches granulométriques fines (< 0,100µm) représentent 8,20, 11,60 et 8,90 % en poids de tout-venant et grossières (> 1 mm) ont enregistré des proportions pondérales non négligeables.

CHAPITRE IV ETUDE COMPARATIVE DES DIFFERENTS TYPES DE BROYAGES  
ET LEUR INFLUENCE SUR LA QUALITE DE PHOSPHATE, CAS DE DJEBEL ONK

Elles représentent 33,90, 16,8 et 39,10 % en poids du tout-venant pour les trois sous couches sommitale, principale et basale respectivement.

**Tableau. 5 :** Granulométrie par tamisage et analyses chimiques (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) par classes granulométriques du phosphate issu de la couche sommitale.

Tranches granulométriques (mm)	Rendements Pondéraux (%)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	Rendements cumulatif en refus (%)	Rendements cumulatif en passant (%)
>16	0	0	0	100
10-16	4,3	4,2	4,3	95,7
6,13-10	11,2	11,2	15,5	84,5
1,0-6,13	18,4	16,7	33,9	66,1
0,315-1,0	17,8	19,2	51,7	48,3
<b>0,10-0,315</b>	<b>40,1</b>	<b>24,5</b>	<b>91,8</b>	<b>8,2</b>
<0,10	8,2	12,6	100	0

**Tableau. 6 :** Granulométrie par tamisage et analyses chimiques (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) par classes granulométriques du phosphate issu de la couche principale.

Tranches granulométriques (mm)	Rendements Pondéraux (%)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	Rendements cumulatif en refus (%)	Rendements cumulatif en passant (%)
>16	0	0	0	100
10-16	3	8,43	3	97
6,13-10	5,5	15,46	8,5	91,5
1,0-6,13	8,3	21,7	16,8	83,2
0,315-1,0	10,9	26,3	27,7	72,3
<b>0,10-0,315</b>	<b>60,7</b>	<b>30,3</b>	<b>88,4</b>	<b>11,6</b>
<0,10	11,6	16,3	100	0

**Tableau. 7 :** Granulométrie par tamisage et analyses chimiques (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) par classes granulométriques du phosphate issu de la couche basale.

Tranches granulométriques (mm)	Rendements Pondéraux (%)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	Rendements cumulatif en refus (%)	Rendements cumulatif en passant (%)
>16	0	0	0	100
10-16	5,7	4,63	5,7	94,3
6,13-10	10,4	8,46	16,1	83,9
1,0-6,13	23	16,2	39,1	60,9
0,315-1,0	14,6	19,35	53,7	46,3
<b>0,10-0,315</b>	<b>37,4</b>	<b>26,6</b>	<b>91,1</b>	<b>8,9</b>
<0,10	8,9	11,1	100	0

D'autre part, les figures (29, 30 et 31) rapportent l'évolution du rendement pondéral en fonction des classes granulométriques par tamisage des trois sous couches de phosphate

**CHAPITRE IV ETUDE COMPARATIVE DES DIFFERENTS TYPES DE BROYAGES  
ET LEUR INFLUENCE SUR LA QUALITE DE PHOSPHATE, CAS DE DJEBEL ONK**

étudiées. En effet, des trois modes granulométriques observés, seul  $M_1$  (0,100 à 0,315 mm) est le plus prononcé [48]:

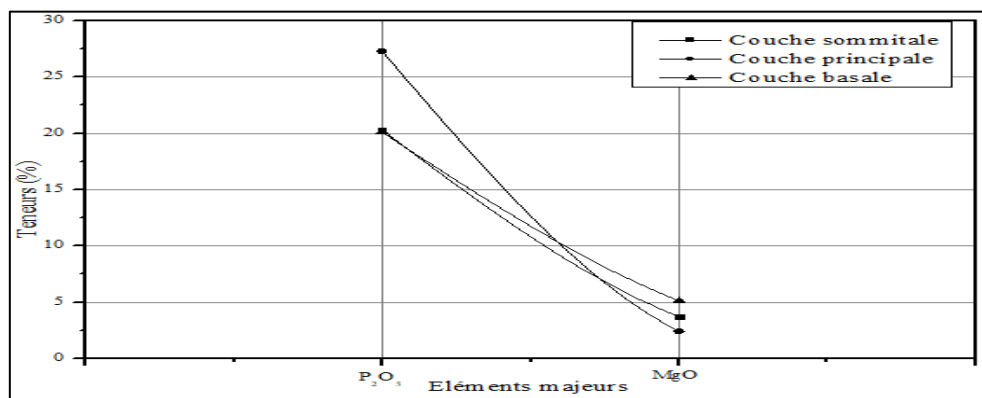
- Le mode principal ( $M_1$ ), concentré sur 100  $\mu\text{m}$ , représente environ 40,10, 60,70 et 37,40 % en poids pour chaque couche sommitale, principale et basale respectivement. Il est attribué en partie aux éléments phosphatés ;
- Le mode secondaire ( $M_2$ ), supérieur à 1 mm et dont le poids pondéral inférieur à 33,90. 16,8 et 39,10 % est constitué essentiellement d'agrégats dolomitiques et d'éléments phosphatés pour les trois sous couche sommitale, principale et basale respectivement ;
- Le mode dolomitique ( $M_3$ ), de poids pondéral inférieur à 8,20, 11,60 et 8,90 % se situe dans la tranche granulométrique inférieure à 100  $\mu\text{m}$ . Il est attribué à la dolomite, associée à de faibles quantités de silice et d'argiles pour les trois sous couche sommitale, principale et basale respectivement, on remarque que le mode secondaire  $M_3$  observé pour la couche principale est en proportion négligeable.

L'évolution du rendement pondéral en fonction des classes granulométriques par tamisage (Figure.30) a mis en évidence une courbe monomodale. Le mode principal observé est attribué aux éléments phosphatés de la classe des arénites. Ceci, confirme parfaitement l'abondance des grains phosphatés et le caractère homogène de ce type de minerai. Toutefois, deux modes secondaires en très faibles quantités sont également observés. Ils correspondent essentiellement aux particules dolomitiques et siliceuses [58].

Les résultats obtenus par spectrométrie à absorption atomique et spectrométrie à flamme sont rassemblés dans le (tableau 7) et la (figure 25). la comparaison des teneurs en phosphates ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ) et en minéraux les plus dominants de la gangue ( $\text{MgO}$ ), des échantillons globaux, permet de confirmer l'appauvrissement en phosphates des couches sommitale et basale et leur richesse en carbonates, par rapport à la couche principale.

**Tableau 8 :** Analyses chimiques des minerais brut des trois sous couches [64].

Couches	Sommitale	Principale	Basale
<b>Eléments majeurs (%)</b>			
$\text{P}_2\text{O}_5$	20,30	27,30	20,10
$\text{MgO}$	3,70	2,40	5,10



**Figure. 25.** Teneurs des éléments majeurs ( $\text{P}_2\text{O}_5$  et  $\text{MgO}$ ) dans les trois sous couches.

CHAPITRE IV ETUDE COMPARATIVE DES DIFFERENTS TYPES DE BROYAGES  
ET LEUR INFLUENCE SUR LA QUALITE DE PHOSPHATE, CAS DE DJEBEL ONK

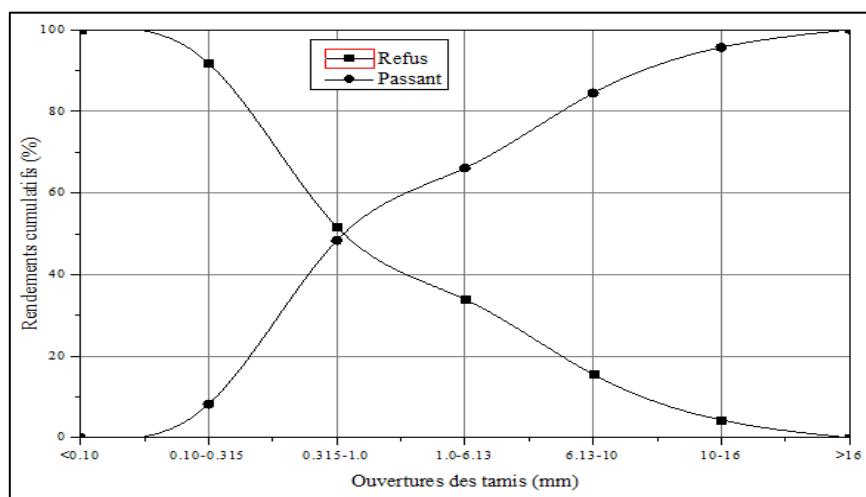


Figure. 26. Granulométrie par tamisage du phosphate brut de la couche sommitale.

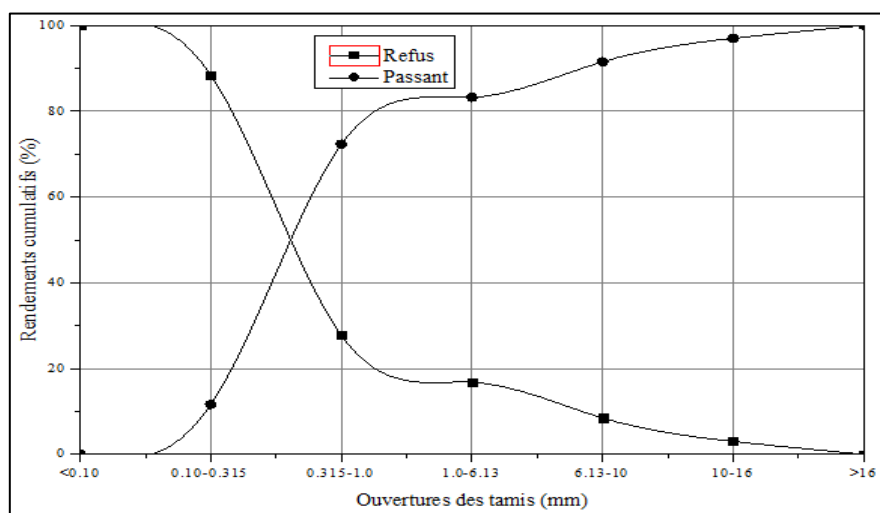


Figure. 27. Granulométrie par tamisage du phosphate brut de la couche principale.

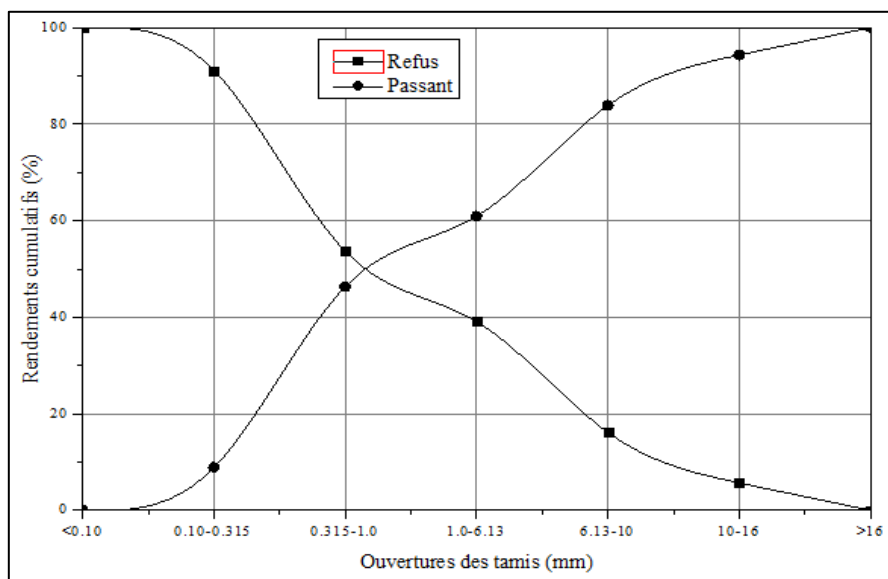
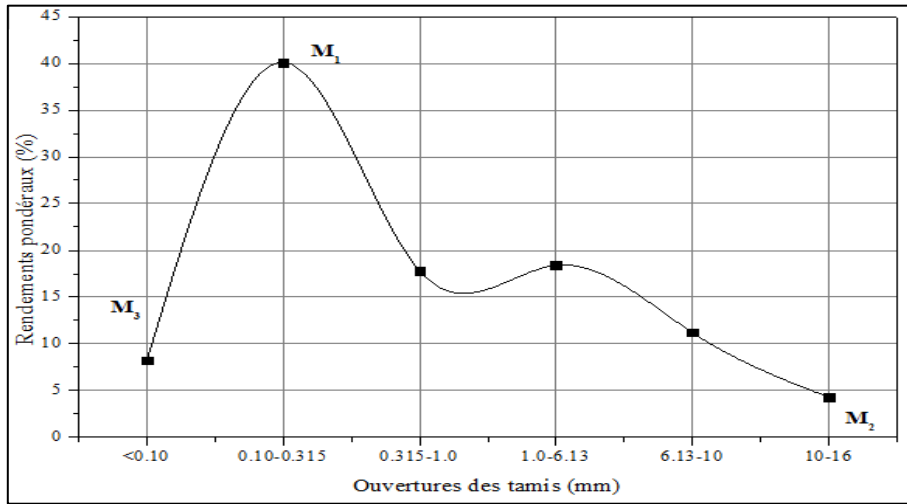
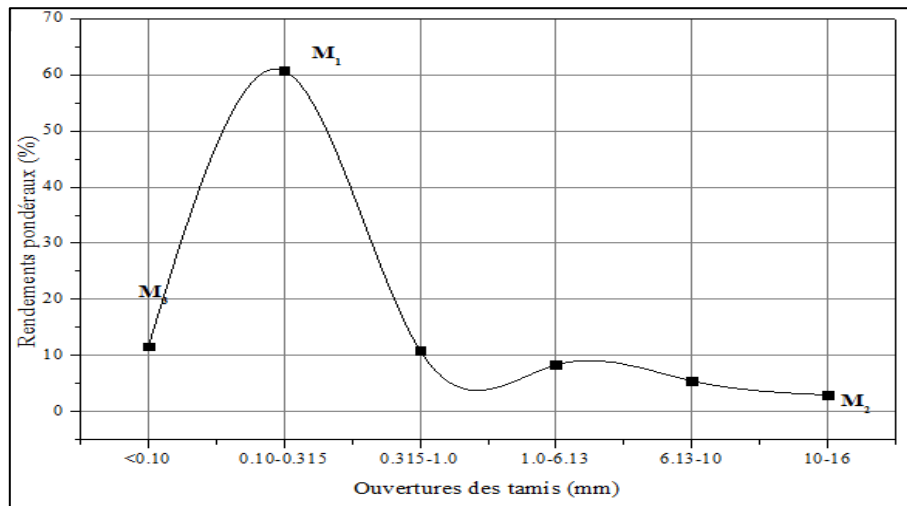


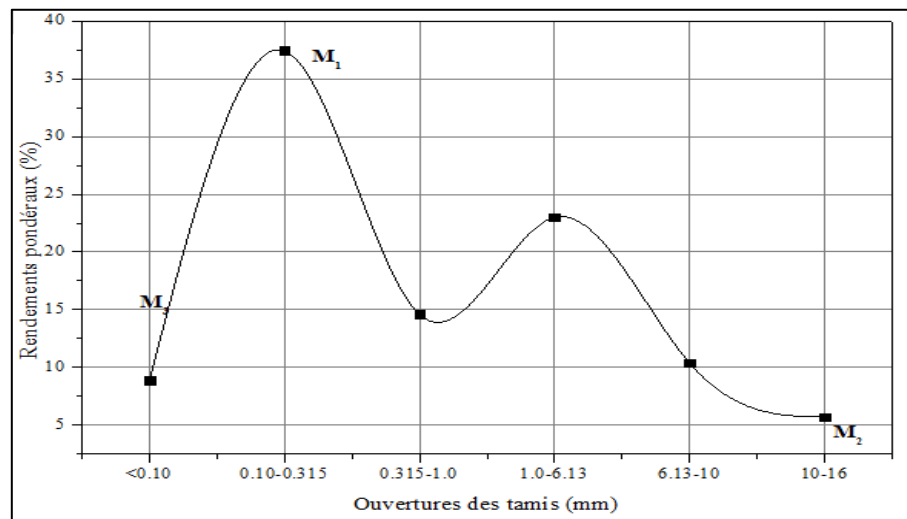
Figure. 28. Granulométrie par tamisage du phosphate brut de la couche basale.



**Figure. 29.** Variation du rendement pondéral en fonction des classes granulométriques obtenues par tamisage du phosphate brut de la couche sommitale.



**Figure. 30.** Variation du rendement pondéral en fonction des classes granulométriques obtenues par tamisage du phosphate brut de la couche principale.



**Figure. 31.** Variation du rendement pondéral en fonction des classes granulométriques obtenues par tamisage du phosphate brut de la couche basale.



#### **IV. 2. 2. Analyses minéralogiques par DRX**

L'étude minéralogique du minerai, effectuée par diffraction des rayons X (XRD) a porté sur le brut broyé ( $< 100 \mu\text{m}$ ), le phosphate des classes fines ( $< 0.100 \text{ mm}$ ) et grossières ( $> 1.00 \text{ mm}$ ).

Les résultats obtenus pour les trois sous couches de phosphates sont étudiées rapportés par les (figures 32, 33, 34, 35, 36 et 37) ont mis en évidence la présence des minéraux principalement recherchés suivants :

- Fluoroapatite, Hydroxylapatite et Dolomite comme minéraux principaux.
- Quartz, Calcite et gypse en faible quantité.

Ces résultats ont révélé des différences appréciables pour les fractions fines et grossières (Figure. 33) de la couche phosphatée sommitale. En effet, le minerai des fractions grossières est plus riche en Calcite et Fluoroapatite, Hydroxylapatite et faible en quartz et gypse par rapport la tranche des fractions fines.

L'analyse minéralogique du minerai brut de la couche principale (Figure.34) et le phosphate des tranches granulométriques fines ( $< 0,100 \text{ mm}$ ) et grossières ( $> 1,00 \text{ mm}$ ) (Figure.35). L'analyse a été effectuée pour des échantillons finement broyés ( $< \text{à } 100 \mu\text{m}$ ) de la couche principale a mis en évidence les principaux minéraux suivants :

- Fluoroapatite, Hydroxylapatite et Dolomite comme minéraux principaux.
- Quartz et Calcite en faible quantité.

Ces résultats ont révélé des différences appréciables pour les fractions fines et grossières de la couche phosphatée principale. En effet, le minerai de la tranche granulométrique fine ( $< 0,100\text{mm}$ ) est plus riche en quartz et en dolomite et faible en calcite par contre le minerai de la tranche granulométriques fines ( $> 1,00 \text{ mm}$ ) riche en calcite.

L'analyse minéralogique du minerai brut de la couche basale (Figure.36) a mis en évidence les principaux minéraux suivants :

- Fluoroapatite, Hydroxylapatite et Dolomite comme minéraux principaux.
- Quartz, Calcite et Gypse en faible quantité.

Ces résultats ont révélé des différences appréciables pour les fractions fines et grossières (Figure.37) de la couche phosphatée basale. En effet, le minerai de la tranche granulométriques fine ( $< 0,100\text{mm}$ ) est plus riche en quartz et en Dolomite et plus faible en calcite.

Par contre, le minerai de la tranche granulométriques fines ( $> 1,00 \text{ mm}$ ) riche en calcite mais presque en même quantité en gypse et en Fluoroapatite et Hydroxylapatite [58].

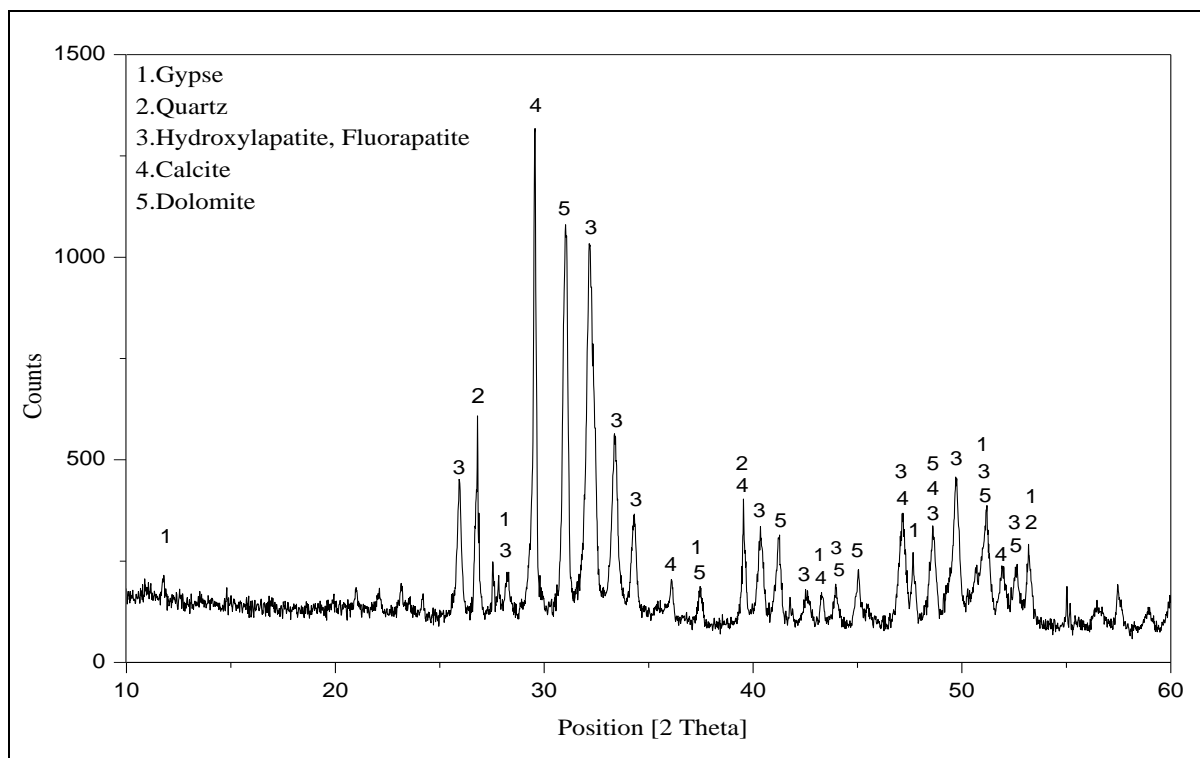


Figure. 32. Diffractogramme RX du phosphate brut de la couche sommitale.

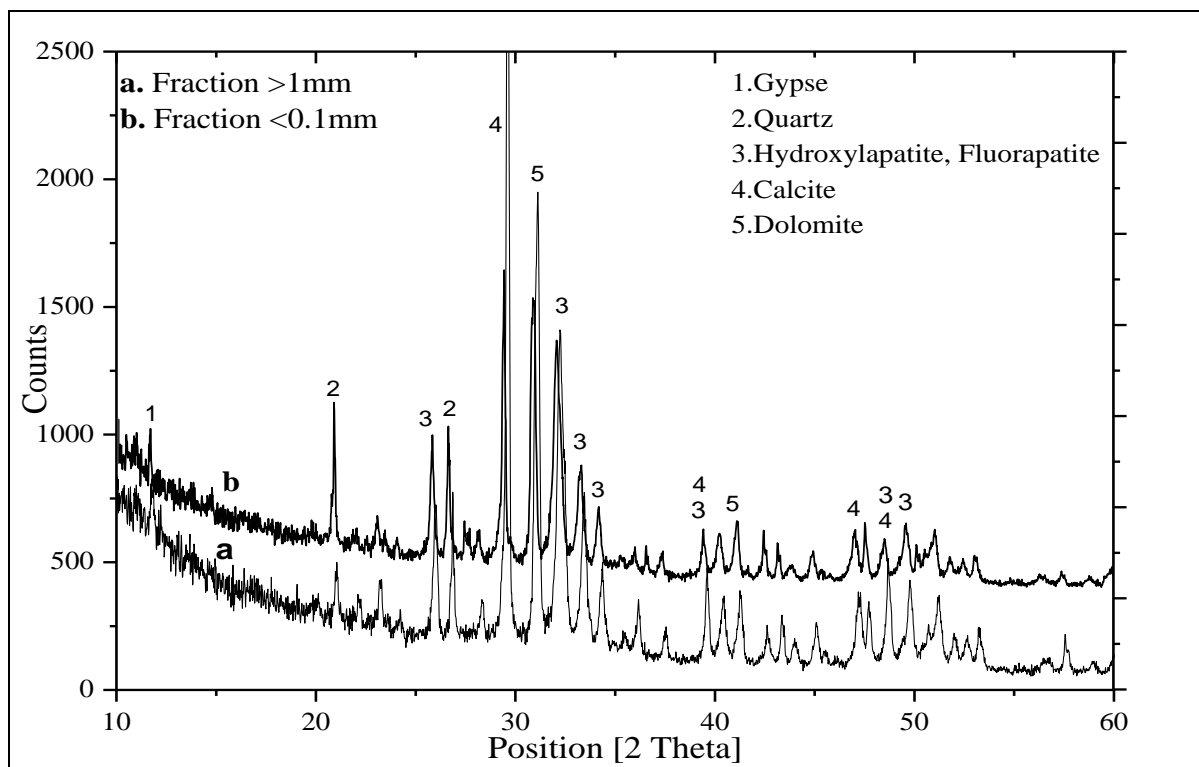


Figure. 33. Diffractogrammes RX des phosphates issus des fractions fines et grossières de la couche sommitale.

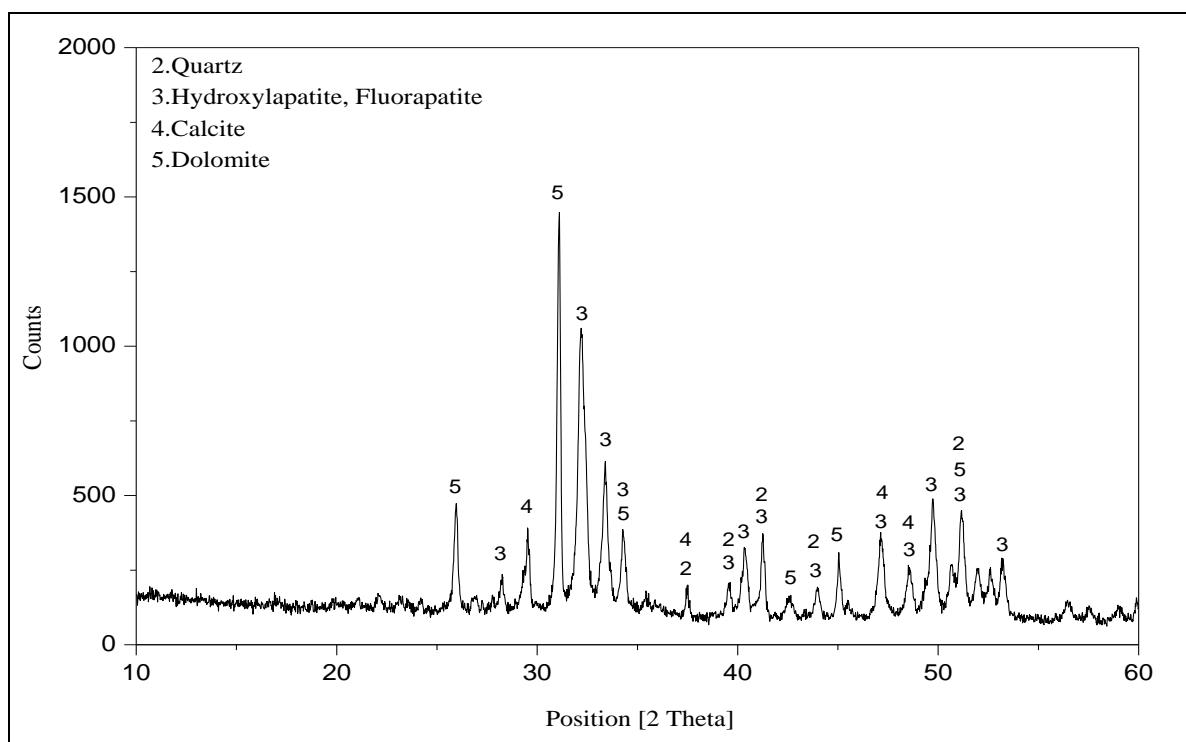


Figure. 34. Diffractogramme RX du phosphate brut de la couche principale.

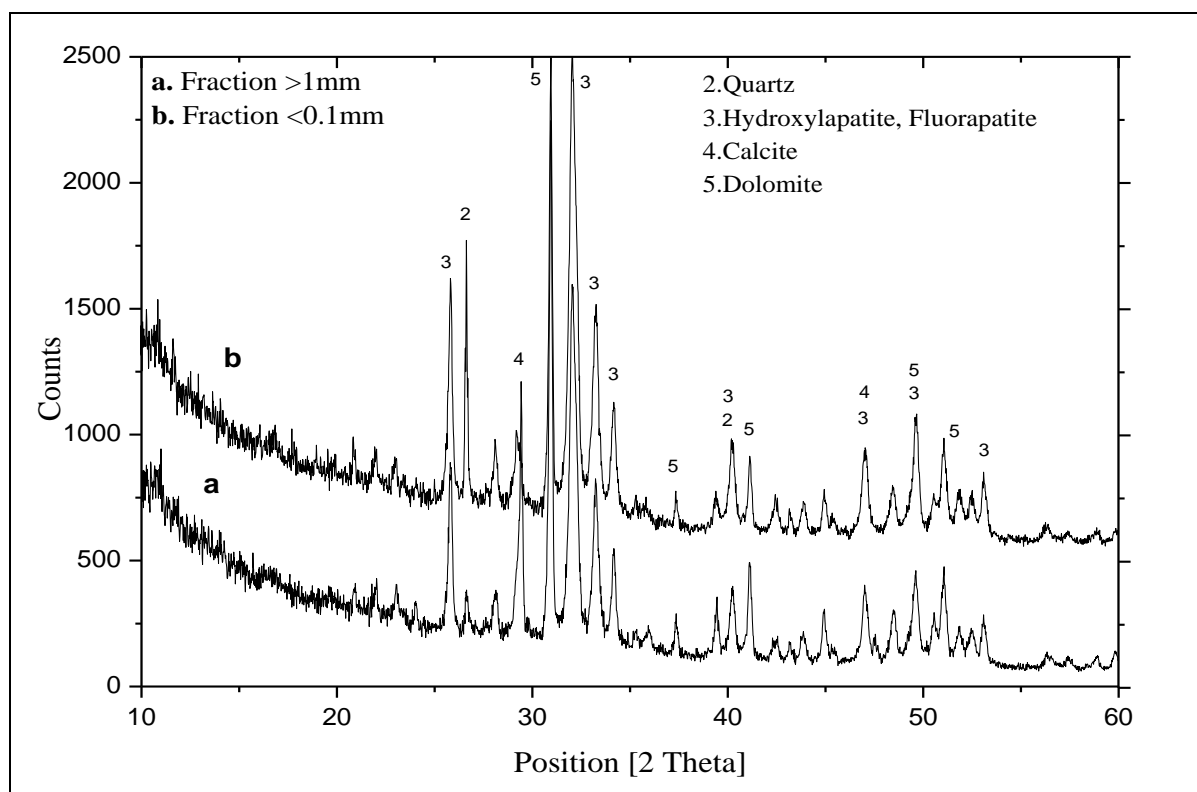


Figure. 35. Diffractogrammes RX des phosphates issus des fractions fines et grossières de la couche principale.

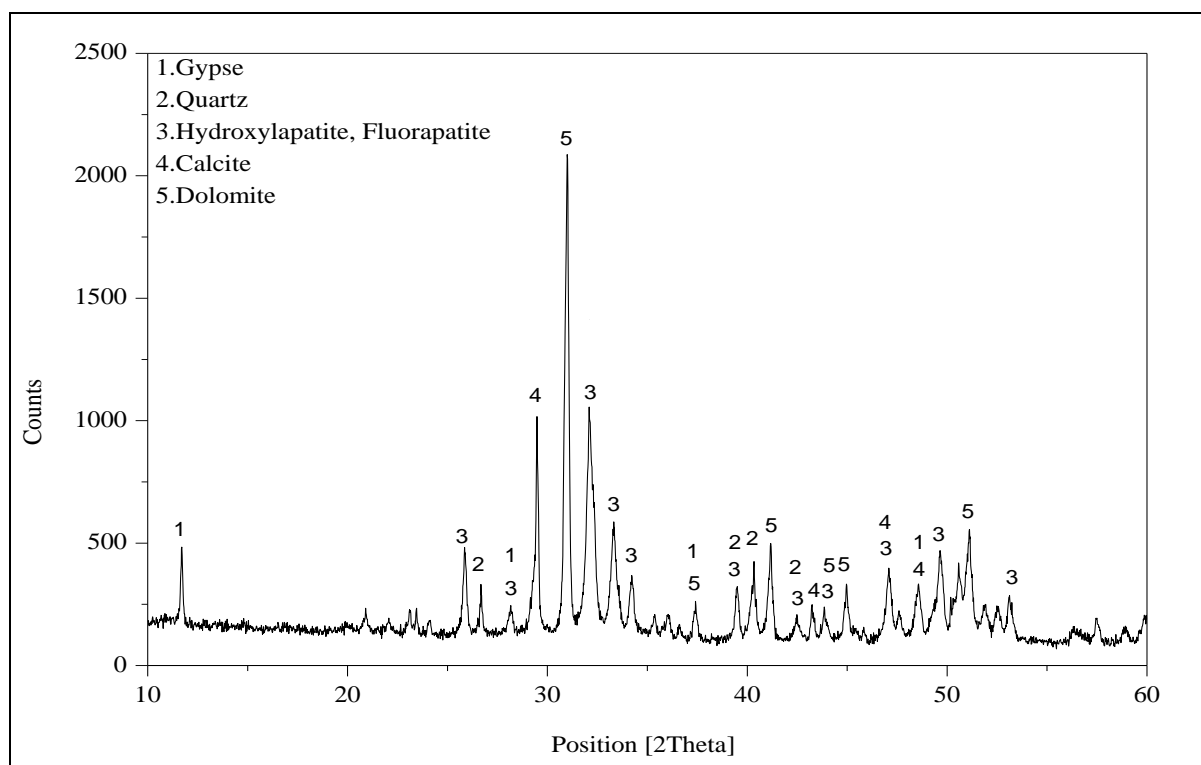


Figure. 36. Diffractogramme RX du phosphate brut de la couche basale.

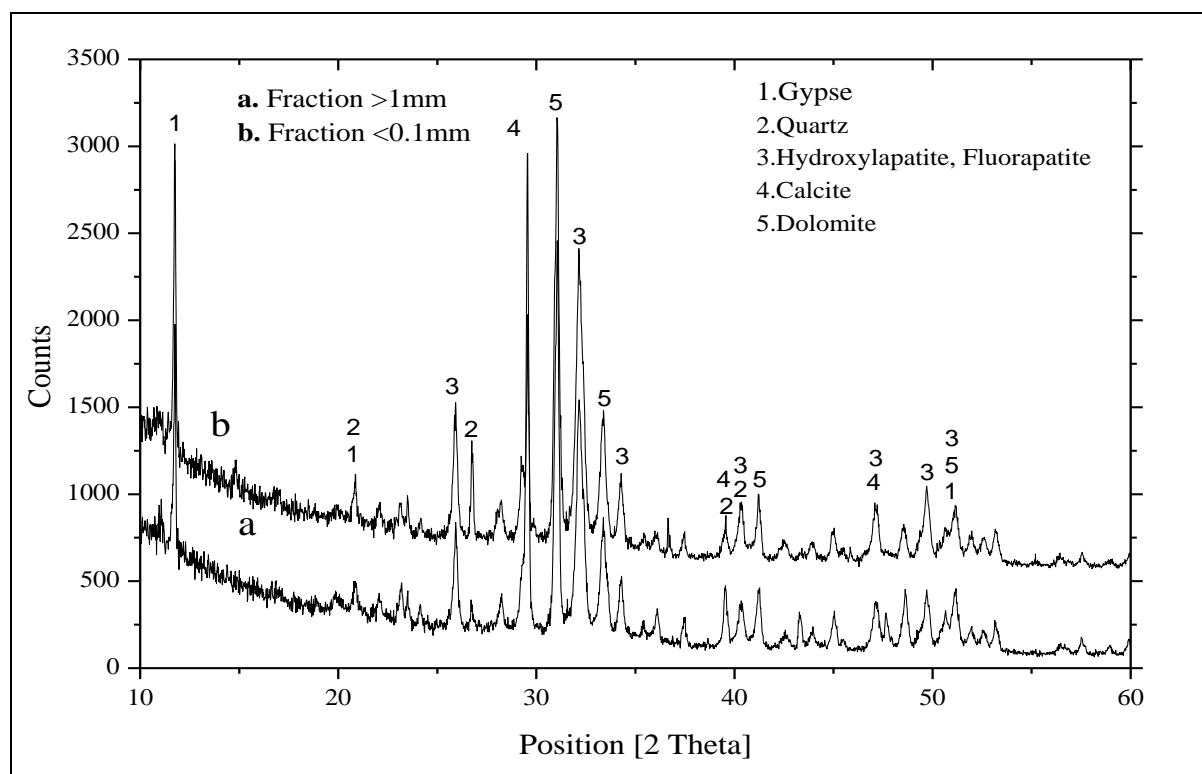


Figure. 37. Diffractogrammes RX des phosphates issus des fractions fines et grossières de la couche basale.

### IV. 3. BROYAGE D'ECHANTILLON

#### IV. 3.1. Préparation des échantillons

Les 3 échantillons de 10 t ont été concassé séparément jusqu'à -16 mm avec des concasseurs à mâchoires et à cônes. Un échantillon représentatif de 300 kg a été ensuite séché pour obtenir une humidité inférieure à 1 %. L'échantillon sec a été concassé et analysé, puis utilisé pour les essais de broyage à sec. Un broyage secondaire jusqu'à <1 mm pendant 5 minutes a été testé dans deux différents types de broyeurs : à marteaux et à barres. Le produit broyé a été ensuite criblé et analysé.

##### IV. 3. 1. 1 Couche sommitale

Le (tableau 8) et la (figure 38) illustrent les pourcentages pondéraux des produits broyés (0,100-0,315mm) avec les teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et MgO pour la couche de phosphate étudiée sommitale.

**Tableau 9:** Résultats de broyage de la couche sommitale par les deux broyeur à marteau et à barre pour la tranche 0,100-0,315 mm.

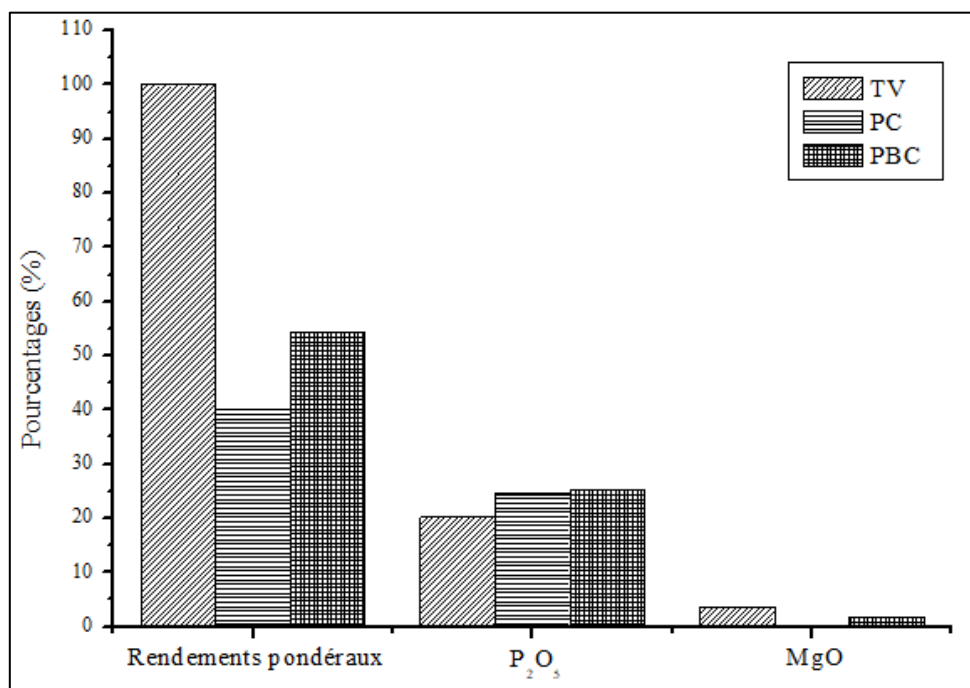
Broyeur	Tranche granulométrique (mm)	Rendements Pondéraux (%)	Massique	
			P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO
A marteau	0,100-0,315	58,9	25,2	1,7
A barre	0,100-0,315	49,7	25,3	1,7

Il ressort de ces résultats que le type de broyeur influe considérablement sur les teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et MgO des produits phosphatés ainsi que les rendements pondéraux.

Il ressort de ces résultats que le broyeur à barre est plus efficace que le broyeur à marteau. Mis à part une différence enregistrée entre le broyage par le broyeur à barre et à marteau pour la tranche granulométrique 0,100-0,315 mm, les teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> varient de : 24,50 à 25,30 % et 24,50 à 25,20 %, les rendements pondéraux varient de : 40,10 à 58,90 et 40,10 à 49,7 % pour les produits des deux broyeurs (à barre et marteaux) respectivement.

L'enrichissement de l'échantillon de la couche sommitale par le procédé de broyage par voie sèche ne permet pas d'obtenir un concentré conforme aux objectifs. Bien que la réduction du pourcentage de MgO (1,7 %) est presque double de la concentration requise (<1%).

En moyenne (figure 38), le P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> a augmenté d'environ 4,90 point, de 20,30 à 25,20 %, avec une diminution correspondante de la concentration d'oxyde de magnésium, celle-ci passant de 3,70 à 1,70 %, soit une réduction de 46 % de la charge en MgO



**Figure. 38** Les rendements pondéraux et les éléments majeurs (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et MgO) du Tout venant, produit concassé (0,100-0,315 mm) et produit broyé et criblé (0,100-0,315 mm) issu de la couche sommitale.

#### IV. 3. 1. 2 Couche principale

Le (tableau 9) et la (figure 39) illustrent les pourcentages pondéraux des produits broyés (0,100-0,315 mm) avec les teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et MgO pour la couche de phosphate étudiée principale.

**Tableau 10:** Résultats de broyage de la couche principale par les deux broyeur à marteau et à barre pour la tranche 0,100-0,315 mm.

Broyeurs	Tranche granulométrique (mm)	Rendements Pondéraux (%)	Massique	
			P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO
A marteaux	0,100-0,315	72,5	30,4	1,0
A barres	0,100-0,315	71,5	30,6	0,9

Il ressort de ces résultats que le type de broyeur influe considérablement sur les teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et MgO des produits phosphatés ainsi que les rendements pondéraux.

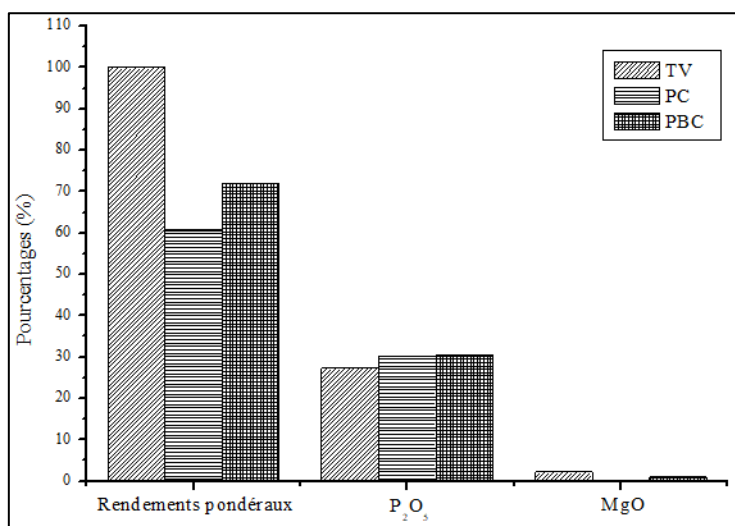
Il ressort de ces résultats que le broyeur à marteau est plus efficace que le broyeur à barre. Mis à part une différence enregistrée entre le produit concassé et le produit broyé par les broyeurs à barre et à marteau pour la tranche granulométrique 0,100-0,315 mm, les teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> varient de : 30,30 à 30,60 % et 30,30 à 30,40 %, les rendements pondéraux varient de : 60,70 à 71,50 et 60,70 à 72,50 % pour les deux broyeurs (à barre et marteaux) respectivement.

## CHAPITRE IV ETUDE COMPARATIVE DES DIFFERENTS TYPES DE BROYAGES ET LEUR INFLUENCE SUR LA QUALITE DE PHOSPHATE, CAS DE DJEBEL ONK

Les résultats obtenus avec les broyeurs à marteaux et à barres sont similaires pour la couche principale.

En moyenne (figure 39), l'enrichissement a permis d'augmenter le  $P_2O_5$  de 30,30 % à 30,5 % avec une augmentation du rendement poids de 60,70 à 72 %.

En moyenne, l'enrichissement par voie sèche de la couche principale a permis d'augmenter le  $P_2O_5$  de 3,1 points de 27,3 à 30,4 %, avec une diminution de la concentration d'oxyde de magnésium passant de 2,2 % à 1,0 %, soit une réduction de 45 % de la charge en MgO.



**Figure. 39** Les rendements pondéraux et les éléments majeurs ( $P_2O_5$  et MgO) du Tout venant, produit concassé (0,100-0,315 mm) et produit broyé et criblé (0,100-0,315 mm) issu de la couche principale.

L'objective qualité a été atteinte pour le  $P_2O_5$  (30%), en revanche, la teneur correspondante en MgO de 1,0 % n'est pas conforme à l'objectif à savoir 0,8 % de MgO.

### IV. 3. 1. 3 Couche basale

Le (tableau 10) et la (figure 40) illustrent les pourcentages pondéraux des produits broyés (0,100-0,315 mm) avec les teneurs en  $P_2O_5$  et MgO pour la couche de phosphate étudiée basale.

**Tableau 11** : Résultats de broyage de la couche basale par les deux broyeur à marteau et à barre pour la tranche 0,100-0,315 mm.

Broyeurs	Tranche granulométrique (mm)	Rendements Pondéraux (%)	Massique	
			$P_2O_5$	MgO
A marteaux	0,100-0,315	56,0	26,6	3,1
A barres	0,100-0,315	44,3	26,9	2,2

## CHAPITRE IV ETUDE COMPARATIVE DES DIFFERENTS TYPES DE BROYAGES ET LEUR INFLUENCE SUR LA QUALITE DE PHOSPHATE, CAS DE DJEBEL ONK

Il ressort de ces résultats que le type de broyeur influe considérablement sur les teneurs en  $P_2O_5$  et  $MgO$  des produits phosphatés ainsi que les rendements pondéraux.

Il ressort de ces résultats que le broyeur à marteau est plus efficace que le broyeur à barre. Mis à part une différence enregistrée entre le produit concassé et le produit broyé par les broyeurs à barre et à marteau pour la tranche granulométrique 0,100-0,315 mm, les teneurs en  $P_2O_5$  varient de : 26,60 à 26,60 % et 26,60 à 26,90 %, les rendements pondéraux varient de : 37,4 à 44,30 % et 37,4 à 56 % pour les deux broyeurs (à barre et marteaux) respectivement.

Les essais de broyage sur la couche basale de plus faible teneur n'ont été effectués qu'à l'aide des broyeurs à marteaux et à barres.

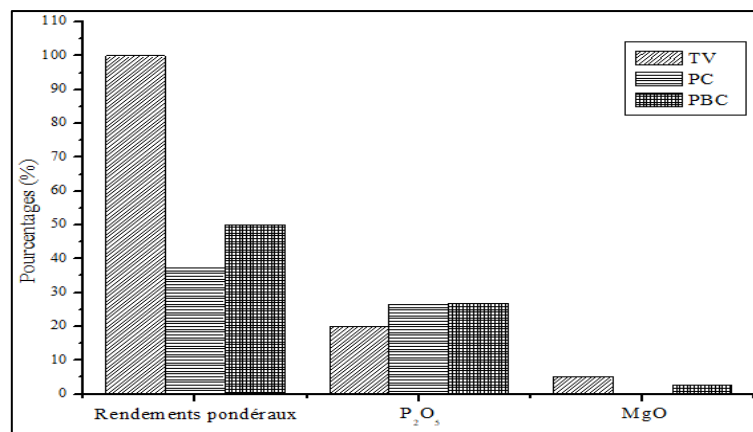
Les essais de broyage en laboratoire de la couche basale montrent que les résultats obtenus avec les broyeurs à marteaux sont similaires à ceux du phosphate de la couche sommitale broyé à moins de 1 mm.

Avec le broyeur à barres, le rendement poids et la récupération en  $P_2O_5$  ont été plus faibles pour une concentration similaire de  $P_2O_5$  par rapport aux autres broyeurs.

En moyenne (figure 40), le  $P_2O_5$  a augmenté d'environ 6,65 point, de 20,10 à 26,75 %, avec une diminution correspondante de la concentration d'oxyde de magnésium, celle-ci passant de 5,10 à 2,65 %, soit une réduction de 52 % de la charge en  $MgO$ .

La qualité du produit, le rendement poids et la récupération en  $P_2O_5$  pour la couche basale ont été similaires aux résultats obtenus avec la couche sommitale.

Le concentré obtenu avec la couche sommitale et la couche basale présentait un  $P_2O_5$  bien inférieur aux valeurs requises et une concentration de  $MgO$  environ 100 % de plus que la valeur prescrite.



**Figure. 40.** Les rendements pondéraux et les éléments majeurs ( $P_2O_5$  et  $MgO$ ) du Tout venant, produit concassé (0,100-0,315mm) et produit broyé et criblé (0,100-0,315mm) issu de la couche principale.



#### IV. 4. Observations microscopiques

Les minerais de Djebel Onk sont des phosphates sableux grainés, sur une base pétrographique. Ils sont classés comme phospharénite les faciès phosphatés sont homogènes, à grains fins (200  $\mu\text{m}$  à 300  $\mu\text{m}$ ), rarement hétérogènes à la fois de grains fins et de grains grossiers (jusqu'à 3 mm). Les particules de phosphate comprennent des pellets, des coprolithes et des bioclastes (os, dents de poisson et fragments d'os cellulaire). Les particules de phosphorite sont cimentées par une matrice argileuse (phosphorites mous) ou carbonée (phosphorites durs) [65].

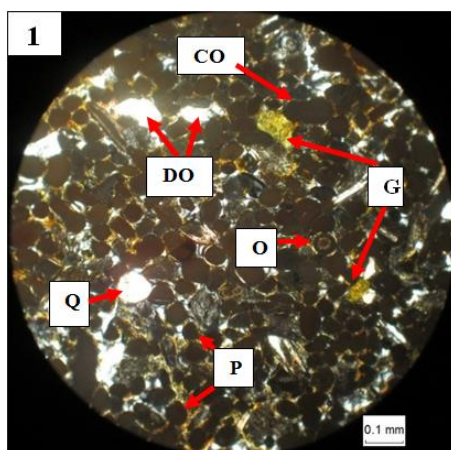
Les observations microscopiques effectuées sur le phosphate brut de la couche principale, préalablement préparés (lames minces), ont été réalisées en utilisant un microscope optique et un microscope électronique à balayage (MEB).

Les observations microscopiques effectuées sur le phosphate broyé issu de la couche principale, préalablement préparés, ont été réalisées en utilisant une binoculaire.

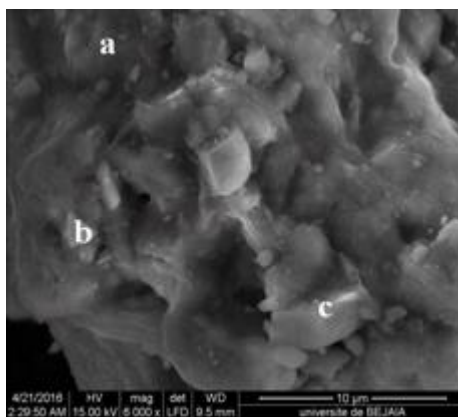
Les résultats sont représentés sur les figures (41.42 .43.44.45). D'une façon générale, ces résultats confirment la prédominance des éléments phosphatés, de la dolomite, du quartz, et parfois du gypse.



**Figure.41.** Agglomérats de fractions du minerai de phosphate brut

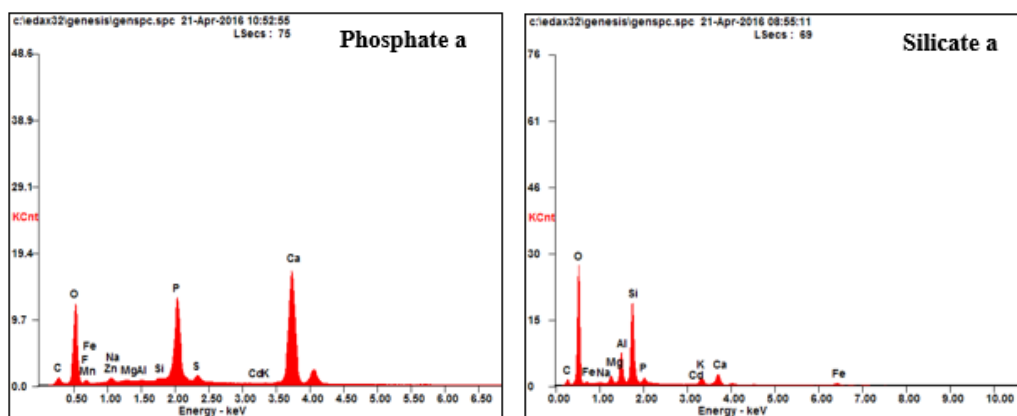


**Figure. 42.** Aspect microscopique en microscopie optique du minerai de phosphate de la couche principale. [58]



**Photo 3 :** mélange de cristaux phosphatés (a et b), feldspath potassique (b) et d'éléments argileux silicatés (c). [58]

**Figure. 43.** Micrographies au MEB du phosphate brut de l'échantillon de la couche principale.



**Figure. 44.** Analyses EDX du minerai de phosphate brut de la couche principale.



**Figure. 45.** Le produit broyé et lavé sur la loupe binoculaire de la fraction granulométrique 0,100-0,315 mm du phosphate de la couche principale. [58]

L'efficacité du broyage, à savoir la libération des grains phosphatés avec l'obtention de la fraction de produit requis.

#### **IV.5.Conclusion**

Les opérations d'attrition préalables ont donné des résultats appréciables sur la séparation des carbonates et les éléments phosphatés du minerai de phosphate de Bled El-Hadba.

Le broyeur à marteau est plus efficace que le broyeur à barre. Mis à part une différence enregistrée entre le broyage par le broyeur à barre et à marteau pour la tranche granulométrique 0,100-0,315 mm issu de la couche sommitale, les teneurs en  $P_2O_5$  varient de : 24,50 à 25,30 % et 24,50 à 25,20 %, les rendements pondéraux varient de : 40,10 à 58,90 et 40,10 à 49,7 % pour les produits des deux broyeurs (à barre et marteaux) respectivement.

L'efficacité des deux broyeurs à marteau et à barre est presque égale sur le minerai phosphaté de la couche principale. Mis à part une différence enregistrée entre le produit concassé et le produit broyé par les broyeurs à barre et à marteau pour la tranche granulométrique 0,100-0,315 mm issu de la couche principale, les teneurs en  $P_2O_5$  varient de : 30,30 à 30,60 % et 30,30 à 30,40 %, les rendements pondéraux varient de : 60,70 à 71,50 et 60,70 à 72,50 % pour les deux broyeurs (à barre et marteaux) respectivement.

Le broyeur à marteau est plus efficace que le broyeur à barre. Mis à part une différence enregistrée entre le produit concassé et le produit broyé par les broyeurs à barre et à marteau pour la tranche granulométrique 0,100-0,315 mm, les teneurs en  $P_2O_5$  varient de : 26,60 à 26,60 % et 26,60 à 26,90 %, les rendements pondéraux varient de : 37,4 à 44,30 % et 37,4 à 56 % pour les deux broyeurs (à barre et marteaux) respectivement.

La comparaison des micrographies obtenues pour les minerais étudiés a montré une grande différence entre le minerai brut (agglomérat) et le minerai broyé. Elles ont montré des grains de formes et tailles différentes cimenté par contre après le broyage et le tamisage humide s'agit particulièrement des grains de formes sphériques, ovoïdes et rectangulaires, attribués respectivement aux oolithes, nodules et coprolithes parfaitement propres. Ceci traduit bien l'importance de déschlammage où l'élimination des particules fines riches en silice et en dolomite est fondamentale avant le traitement du minerai.

CONCLUSION GENERALE

Les phosphates de la région de Djebel-Onk font partie d'un vaste ensemble de gisements phosphatés formés à la période Fini Crétacé–Eocène sur les rives Sud et Sud Est méditerranéennes. Ces concentrations d'intérêt économique sont exploitées près de la ville de Bir El Ater (Wilaya de Tébessa) par l'entreprise nationale SOMIPHOS.

Notre travail a porté sur l'influence des types de broyage sur la qualité du minerai de phosphate du gisement de Bled El Hadba. Les différentes techniques d'analyses appliquées (DRX, MEB,...) ont mis en évidence une étroite relation entre les phases minéralogiques et pétrographiques d'une part, et entre la répartition granulométrique et l'évolution des teneurs chimiques d'autre part.

L'étude pétrographique, minéralogique et granulo-chimique ont été réalisées par plusieurs méthodes d'analyses DRX et MEB préalables, permettant de définir la maille de libération par la tranche granulométrique 100-315 $\mu$ m riche en éléments phosphatés avec des teneurs variant de 24,5 à 30,30 % en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> avec des rendements pondéraux variant de 24,50 à 60,70% pour les trois sous couches sommitale, principale et basale respectivement.

Les opérations d'attrition préalables ont donné des résultats appréciables sur la séparation des carbonates et les éléments phosphatés du minerai de phosphate de Bled El-Hadba. Elles ont permis une différence enregistrée entre le produit concassé et le produit broyé par les deux broyeurs à barre et à marteau pour la tranche granulométrique 0,100 à 0,315 mm issu des trois sous couches sommitale, principale et basale, les teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> varient de : (24,50 à 25,30 % et 24,50 à 25,20%), (%30,30 à 30,60 % et 30,30 à 30,40 %) et (26,60 à 26,60 % et 26,60 à 26,90%), les rendements pondéraux varient de : (40,10 à 58,90 et 40,10 à 49,7 %), (60,70 à 71,50% et 60,70 à 72,50 %) et (37,4 à 44,30 % et 37,4 à 56 %) pour les deux broyeurs (à barre et marteaux) respectivement.

En guise des perspectives nous envisageons d'améliorer la qualité de produit phosphaté par de nouveaux procédés, par l'optimisation des paramètres expérimentaux et par la modalisation des résultats expérimentaux avec un traitement et valorisation purement physique, en vue de protéger l'environnement.

*REFERENCES*  
*BIBLIOGRAPHIQUES*

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Guillemot J., 1986. *Éléments De Géologie*, Edition Technip, Paris Et Institut Français Du Pétrole, Pp. 38-44.
- [2] MC-Connell D., 1938. A structural investigation of the isomorphism of the apatite group. *Am. Min.*, 54: 1379-1391.
- [3] Mc Clellan G.H., Gremillion, L.R., 1980. Evaluation of phosphatic raw materials. In F.E. Khasawneh, ed. *The role of phosphorus in agriculture*, pp. 43-80. Madison, USA, ASASSSA
- [4] Van-Kauwenbergh S.J., Hellums D.T., 1995. Direct application phosphate rock: a contemporary snapshot. *Phos. Pot.*, 200: 27-37.
- [5] Mc Clellan G.H., Notholt A.F.G., 1986. Phosphate deposits of tropical sub-Saharan Africa. In A.E. Mokwunye & P.L.G. Vlek, eds. *Management of nitrogen and phosphorus fertilizers in sub-Saharan Africa*, pp. 173-224. *Developments in Plant and Soil Sciences 24*. Dordrecht, The Netherlands, Kluwer Academic Publishers.
- [6] McClellan G.H., Van-Kauwenbergh S.J., 1990. Mineralogy of sedimentary apatites. In A.J.G. Notholt & I. Jarvis, eds. *Phosphorite research and development*. Geological Society Special Publication 52, 23-31.
- [7] Bonnet C., 2011. *Les Phosphates*. Société De L'industrie Minérale,
- [8] Holtan H., Kamp-Nielsen L., Stuanes A. O., 1988. Phosphorus In Soil, Water And Sediment: An Overview, Pp. 20.
- [9] Guillemot J., 1986. *Éléments De Géologie*, Edition Technip, Paris Et Institut Français Du Pétrole, Pp. 38-44.
- [10] IAEA., 2002. Assessment of soil phosphorus status and management of phosphatic fertilizers to optimize crop production. IAEA-TECDOC-1272. Vienna.
- [11] Slansky M., 1975. Disponibilité et besoins futurs un minerais phosphatés compte tenu de la lutte anti-pollution et de nouvelles applications possibles, BRGM, 75 SGN 219 GEO.
- [12] Slansky M., 1980. *Géologie des phosphates sédimentaires; Mémoire du B.R.G.M ; N°114*. France, 92p.
- [13] Truong B., Beunard P., Diekola K., Pichot J., 1982. Caractérisation et comparaison des phosphates naturels de Madagascar en vue de leur utilisation en agriculture. *Agron. Trop.*, 37(1): 9-16.
- [14] Cogel J. E., 2006, *Industrial Minerals And Rocks: Commodities, Markets, And Uses*. 7th Edition by Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, USA, pp 19.
- [15] Hammond L.L., Day D.P., 1992. Phosphate rock standardization and product quality. In A.T. Bachik & A. Bidin, eds. *Proceedings of a workshop on phosphate sources for acid soils in the humid tropics of Asia*, pp. 73-89. Kuala Lumpur, Malaysian Society of Soil Science.
- [16]. Zapata F. R.N. Roy Utilisation des phosphates naturels pour une agriculture durable BULLETIN FAO ENGRAIS ET NUTRITION VÉGÉTALE, Rome, 2004, N°123.

- [17] Baudet G., 1980. Valorisation des minerais de phosphates français, Rapport scientifique de synthèse, 80-SGN-818-MIN.
- [18] Bertholus M. et Defranceschi M., 2004. Les apatites des phosphates naturels. Techniques de l'Ingénieur AF 6610.
- [19] Abouzeid M., 2007. Physical and Thermal Treatment Of Phosphate Ores — An Overview. Cairo University, Faculty Of Engineering, Department Of Mining, Giza, Egypt, pp. 1- 2.
- [20] Chabou-Mostefai S., 1987. Etude de la série phosphatée tertiaire du Djebel Onk (Algérie). Stratigraphie, pétrographie, minéralogie et géochimie. Thèse Université Marseille, 359 p.
- [21] Bechade E., 2008. Nouveaux matériaux de structure apatite : Synthèse, structure et mécanismes de conduction ionique. Thèse de Doctorat. Université de Limoges, France, 250p.
- [22] McClellan G.H., Lehr J.R., 1969. Crystal chemical investigation of natural apatites, Am. Min., 54, pp 1374-1391
- [23] McClellan G.H., 1980, Mineralogy of carbonate fluoroapatites, J. Geol. Soc., 6, pp 675-681.
- [24] Chaïrat C., 2005. Etude expérimentale de la cinétique et des mécanismes d'altération de minéraux apatitiques. Application au comportement d'une céramique de confinement d'actinides mineurs. Thèse de Doctorat, université de Toulouse III, France, 266 p.
- [25] Banu M., 2005. Mise en forme d'apatites nanocristallines : céramiques et ciments. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 183p.
- [26] Montel G., Bonel G., Trombe J-CH., Heughebaert J-C., Rey Ch., 1980. Progrès dans le domaine de la chimie des composés phosphorés solides à structure d'apatite. Application à la biologie et au traitement des minerais. Pure & Appl. Chem., Vol.52, pp. 973-987.
- [27] Lacout J-L., 1983. Contribution à l'étude de l'extraction par vapo-métallurgie du manganèse et du vanadium des apatites, Thèse de Doctorat, INP Toulouse (France).
- [28] Elliott J. C., 1994. Structure and chemistry of the Apatites and Other Calcium Orthophosphates, Elsevier, Amsterdam, Novembre 1980.
- [29] SAMEC, 1965. Contribution à l'étude des échangeurs d'ions de structure apatitique, Thèse Université. Toulouse.
- [30] Wright, 1969. Contribution à l'étude de l'influence des substitutions cationiques sur les propriétés d'échangeurs d'ions des apatites, Thèse Doctorat, Univ. Toulouse.
- [31] Visse L D., 1953. Les faciès phosphatés. Revue de l'IFP., n° spécial, p. 87 – 98.
- [32].Dassamiour M., 2012. Eléments En Traces Et Valorisation Des Minerais De Phosphate Du Gisement De Kef Essennoun - Dj. Onk (Algérie Orientale). Thèse De Doctorat. Université Badji Mokhtar-Annaba, pp. 143-144.

[33] Yuaming Pan, Fleet M.E., 2002. Composition Of The Apatite-Group Minerals: Substitution Mechanisms And Controlling Factors, Review In Mineralogy And Geochemistry, pp. 2.

[34] Hamoudi S., 2010. Étude De La Distribution Des Eléments Traces Dans Les Minerais De Phosphate De Djebel-Onk (Tébessa) Et Leur Influence Sur Les Différents Procédés De Traitement. Mémoire De Magister. Université Abd Rahmane Mira Bejaia.

[35] Baudet G., Cecile J.L., Henchiri A., Save M., 1984. Enrichissement des minerais sédimentaires à gangue carbonatée par flottation inverse et double flottation utilisant un ester phosphorique comme collecteur. Journ. D'étude 1983 du sect. Minéralurgie, Paris. Rev. Ind. Min., Les Techniques, 2-84, p. 125-149.

[36] Sis H., Cander S., 2003. Reagents used in the flotation of phosphates ores, a critical review. Minéral engineering (16), 577- 585.

[37] Miller J. D., Wang X., Li M., 2002. A selective collector for phosphate flotation. Final report prepared for Florida Institute of Phosphate Research. Florida, USA, 60p.

[38] Blazy P., 1970. La valorisation des minerais. Paris : Presses Universitaires de France, p.416.

[39] Alpano G., Carta M., Delfa C., Ghiani M., Saba P., 1984. La valorisation des rejets de traitement industriel du minerai phosphaté à gangue carbonatée de la mine de Djebel Onk. Journ. D'études 1983 du sect. Minéralurgie, Paris, sept.1983. Rev. Ind. Min., Les Techniques, 3-84, p. 169-178.

[40] Gaucherand B., 1975. Considérations générales sur la calcination des phosphates à gangue carbonatée. 11ème Congr. Int. De Valorisation des minerais. Séminaire sur « la valorisation des phosphates minéraux pauvres à gangue carbonatée », Cagliari.

[41] Blazy P., 1980. La valorisation des phosphates sédimentaires et les contraintes d'exploitation et de la qualité des produits. 2ème Congrès international sur les composés phosphorés, Boston.

[42] Saint-Guilhem R., 1975. Situation actuelle et possibilités générales de la valorisation des minerais phosphatés à gangue carbonatée. 11 th IMPC, Seminar on beneficiation of lean phosphates with carbonate gangue, Cagliari.

[43] Champetier Y, Blazy, P . Joussemet R., 1980. Enrichissement des phosphates carbonatés. Caractérisation géologique et pétrographique. Comportement au traitement thermique. 2nd Int. Cong.Phos. Compounds Proc., Boston, p. 283-312.

[44] Champetier Y. Joussemet R., 1979. Découverte de nubéculaires et d'oncolithes en tant qu'éléments phosphatés. C. R. Acad. Sci. Paris, t. 288, D, n°7, p. 673-67.

[45] Saaidi E., 1991. Trait De Sédimentologie : Pétrographie, Environnements Et Sédimentaire. Afrique Orient, pp. 240.



- [46] Dumon R., 1980. Le phosphore et les composés phosphorés. Propriétés. Utilisations. Les objectifs scientifiques de demain, 6, Masson éditeur, Paris, 168 p.
- [47] Prud'homme M., 2010. World Phosphate Rock Flows, Losses and Uses. International Conference.
- [48] Bezzi N., 2005, Gestion De La Qualite Et Valorisation Des Minerai De Phosphate De Bled El Hadba, Djebel Onk - Tebessa. Thèse De Doctorat. Université Ferhat Abbas – Setif.
- [49] Heckenmüller M., Narita D., Klepper G., 2014. Global Availability of Phosphorus and Its Implications for Global Food Supply: An Economic Overview. Kiel Institute for the World Economy, No 1897.
- [50] Laffitte R., 1939. Etude géologique de l'Aurès – Bull. Serv. Carte géol. Algérie, Alger, 2, Strating., descr. Région. 15, 451 p., 10 pl.
- [51] Visse L., 1952. Genesis of the southeasterly Algerian–Tunisian phosphatic deposits, XIX International Geological Congress., set 1, no. 27, Algiers, Algeria, pp. 60.
- [52] Kassatkine Y., Yahiaoui A. et Chatilov S., 1979. Rapport sur les travaux de prospection et d'évaluation sur les phosphates exécutés en 1976-1978 dans le district minier du Djebel Onk, 2 vol., sonarem , 140 p.
- [53] Dassamiour M., 2006. Evaluation de la quantité du produit marchand à l'aide de méthodes géostatistiques dans les blocs d'exploitation du gisement de phosphate de Kef Es – Senoun (Algérie Orientale). Mém. de magister. Université Badj – Mokhtar. Annaba. 110 p.
- [54] ORGM , 2012-2014. Rapport final sur les résultats des travaux d'exploration des phosphates du gisement de Bled El-Hadba , p 58.
- [55] Béji-Sassi A., 1984. Pétrographie, minéralogie et géochimie des sédiments phosphatés de la bordure orientale de l'île de Kasserine (Tunisie). Thèse de 3ème cycle : Géologie, Sédimentologie, Université d'Orléans, France.
- [56] Larouci M., 1988. Etude de la caractérisation et de la valorisation du minerai de phosphate de Djebel Onk – Algérie- thèse de doctorat ingénieur. Université orléans. 1 vol texte, 194p.
- [57] Ben Hassen, A., Trichet, J., Disnar, J.R., 2010. Pétrographie et géochimie comparées des pellets phosphatés et de leur gangue dans le gisement phosphaté de Ras-Draaa (Tunisie). Implications sur la génèse des pellets phosphatés. Swiss J. Geosciences, 103 (3), pp. 457-473.
- [58] T. Tahri, A. Bouzzenana, N. Bezzi, Characterization and homogenization of Bled EL-hadba phosphate ore, case of Djebel onk (ALGERIA), 28 ISSN 2071-2227, Naukovyi Visnyk NHU, 2019, No 2 Solid State PhysicS, Mineral ProceSSing
- [59] Kechiched R., 2016. Les phosphates du nord de tébessa (dyr et elkouif): étude sédimentologique, géologique et géochimique, thèse doctorat, pp 219.
- [60] Kechiched, R. (2011). Typologie géochimique et géostatistique des minerai de phosphates du gisement de Bled El Hadba – Djebel Onk (Algérie). Université Badji Mokhtar, Annaba. 175p
- [61] Alain Chamayou, Jacques Fages 15 Sep 2016 Broyage dans les industries

[62] Abouzeid A., 2008. Physical and thermal treatment of phosphate ores-An overview, Int.J. Miner. Process, 85-5984

[63] Hamdadou M., 1996. Caractérisation petro-minéralogique et séquentielle du gisement de phosphate de Djebel Onk (Algérie), Thèse de Doct. Es Scienc., ENSG Nancy.

[64] Référence, Le Responsable de Projet de DMT M. MÜLLER, Etude Faisabilité Bancable BEH, DMT Consulting GmbH, 31 Décembre 2016

[65] Dassamiour M., Mezghache H., Elouadi B., 2011. The use of three physicochemical methods in the study of the organic matter associated with the sedimentary phosphorites in Djebel Onk Basin, Algeria. Arab. J.Geosci., DOI 10.1007/s12517-011-0381 9

## Résumé

La wilaya de Tébessa renferme le plus grand gisement de phosphate en Algérie. Il est estimé à 2 milliards de tonnes par la société minière des phosphates. La région de Djebel Onk renferme une série de gisement dont, celui de Bled El-Hadba qui fait l'objet de notre travail. Ce gisement situé près de la frontière Algéro-Tunisienne, est un nouveau gisement de phosphate possédant des réserves très importants estimées à plus de 800 millions de tonnes avec une teneur moyenne en  $P_2O_5$  faible ce qui représente un atout pour la société "FERPHOS".

L'étude pétrographique, minéralogique et granulo-chimique ont été réalisées par plusieurs méthodes d'analyses DRX et MEB préalables, permettant de définir la maille de libération par la tranche granulométrique 100-315 $\mu$ m riche en éléments phosphatés avec des teneurs varient de 24.5 à 30.30 % en  $P_2O_5$  avec des rendements pondéraux varient de 24.50 à 60.70% pour les trois sous couches sommitale, principale et basale respectivement.

Les opérations d'attrition préalables ont donné des résultats appréciables sur la libération des grains phosphatés et les grains des minerais de la gangue du minerai de phosphate de Bled El-Hadba. Le broyeur à barre est plus efficace que le broyeur à marteau par comparaison avec celle des minerais bruts et ceux de produit broyé (0.100-0.315mm), avec des teneurs : 25.20 à 30.60 % en  $P_2O_5$  et 2.60 à 0.8% en MgO avec une augmentation dans les rendements : 44.30 à 72.5 % pour les trois sous couche sommitale, principale et basale.

En effet, les différents essais de broyage par les deux types des broyeurs (à marteau et à barre) appliqués sur ce type du minerai ont mis en évidence une étroite relation entre les phases minéralogiques, la répartition granulométrique et l'évolution des constituants principaux de contrôle dans le type de broyeur en fonction des tranches granulométriques et désclammage.

**Mots clés :** Phosphate, Caractérisation, Broyeur à barre, broyeur à marteau, traitement physique.

## **Abstract**

Djebel Onk is the largest phosphate deposit in Algeria, with about 2 billion tons of phosphates. The region of Djebel Onk contains a series of deposits, including that of Bled ElHadba that is the subject of our work. This deposit located near the Algero-Tunisian border, is a new phosphate deposit has very large reserves estimated at more than 800 million tons with a low average  $P_2O_5$  content which represents an asset for the company " FERPHOS "

The petrographic, mineralogical and granulometric study were carried out by several methods of preliminary XRD, SEM,... analyzes, making it possible to define the release cell by the granulometric slice 100-315 $\mu$ m rich in phosphate elements 24.5 to 30.30% in  $P_2O_5$  with weight yields ranging from 24.50 to 60.70% for the three sub-layers: the top, main and basal layers respectively.

Previous attrition operations gave appreciable results on the release of phosphate grains and grains from the gangue of Bled El-Hadba phosphate ore. The bar mill is more efficient than the hammer mill compared to the raw ore and ground product (0.100-0.315mm), with grades: 25.20-30.60% in  $P_2O_5$  and 2.60-0.8% in MgO with an increase in yields: 44.30-72.5% for the three sub layers (top, main and basal).

Indeed, the different grinding tests by the two types of mills (hammer and bar mills) applied to this type of ore have shown a close relationship between the mineralogical phases, the granulometric distribution and the evolution of the main control constituents in the type of mill according to the granulometric slices and the deslagging.

Keywords: Phosphate, Characterization, bar Grinder, hammer mill, physical treatment.

## ملخص

تحتوي ولاية تبسة على أكبر مخزون من الفوسفات في الجزائر. تقدر شركة تعدين الفوسفات بنحو 2 مليار طن. تحتوي منطقة جبل العنق على سلسلة من الودائع بما في ذلك منطقة بلاد الحدبا التي هي موضوع عملنا. تقع هذه الوديعة بالقرب من الحدود الجزائرية التونسية ، وهي عبارة عن وديعة فوسفاتية جديدة باحتياطيات كبيرة للغاية تقدر بأكثر من 800 مليون طن بمتوسط محتوى منخفض من P2O5 يمثل أحد الأصول لشركة " FERPHOS "

تم إجراء الدراسة الصخرية والمعدنية والكيميائية الحبيبية بواسطة عدة طرق أولية لتحليل DRX و SEM ، مما يجعل من الممكن تحديد شبكة الإطلاق من خلال نطاق حجم الجسيمات 100-315 ميكرون الغني بعناصر الفوسفات بمحتويات تتراوح من 24.5 إلى 30.30% في P2O5 مع تراوح عائدات الوزن من 24.50 إلى 60.70% للطبقات الثلاثة العلوية والرئيسية والقاعدة على التوالي.

أعطت عمليات الاستنزاف السابقة نتائج ملحوظة على إطلاق حبيبات الفوسفات والحبوب من شوائب خام الفوسفات ببلاد الحدبا. تعتبر مطحنة القضبان أكثر كفاءة من المطحنة المطرقة مقارنة بالمنتج الخام والأرضي (0.100-0.315 مم) ، مع درجات: 25.20-30.60% في P2O5 و 2.60-0.8% في MgO مع زيادة في العائد: 44.30-72.5% للطبقات الفرعية الثلاث (علوي ، رئيسي ، قاعدي).

في الواقع، أظهرت اختبارات الطحن المختلفة بواسطة نوعي المطاحن (المطرقة والقضيب) المطبقة على هذا النوع من الخام وجود علاقة وثيقة بين المراحل المعدنية وتوزيع حجم الجسيمات وتطور المكونات الرئيسية للخام. نوع الكسارة وفقاً لمدى حجم الحبوب وإطلاق اللهب.

**الكلمات المفتاحية:** الفوسفات ، التوصيف ، مطحنة القضيب ، مطحنة المطرقة ، المعالجة الفيزيائية.