



UNIVERSITE ABDERAHMANE MIRA-BEJAIA
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DES MINES ET GEOLOGIE

Mémoire de Master Présenté par

AIDER NABILA

AITCHAIT BDADA

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

Option : Valorisation Des Ressources Minérales

Thème

**Influence des paramètres de broyage sur les caractéristiques
minéralogiques et texturales du minerai de phosphate noir
de gisement de Kef Es Sennoun de la Mine de Djebel Onk
(Tébessa-Algérie)**

Soutenu le 24/06/2015 devant le jury composé de :

Président : M^{me} L. AIT BRAHEM

MCA Univ - Béjaïa

Encadreur : M^{me} N. MALEK

MCB Univ - Béjaïa

Examineurs : M^r N. BEZZI

Prof Univ - Béjaïa

Année Universitaire : 2014-2015

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier tous les enseignants du Département Mines et Géologie.

Nous adressons nos vifs remerciements à notre promotrice Madame Nouara MALEK -, Maître de Conférences à l'université de Bejaia, sans elle ce travail n'aurait pu aboutir. On la remercie infiniment pour sa patience, sa compréhension, sa disponibilité, son aide indispensable ainsi que la liberté qui nous a donné afin d'exploiter et d'employer notre capacité au complet et qui ont rendu ce travail concret.

On est sensible à l'honneur que nous fait Mme Ait Brahem Leila- Maître de Conférences à l'université de Béjaia, d'avoir accepté de présider le jury de notre soutenance.

Un grand remerciement pour Mr Bezzi Nacer – professeur à l'université de Bejaia pour l'honneur qu'il nous a fait en acceptant, d'examiner et de juger notre travail.

Il est judicieux de présenter nos plus humbles remerciements à la société SOMIPHOS qui permet aux étudiants d'améliorer leurs pratiques en leur proposant des stages.

Nous adressons nos vifs et sincères remerciements à l'équipe du laboratoire de recherche de Génie du procédé de l'université de Bejaia.

Un grand remerciement pour Melle Bellache Dyhia - Chercheur à l'université de Bejaia pour son aide inestimable, ses discussions pertinentes, sa disponibilité et sa compréhension.

Nous avons un grand plaisir de remercier nos collègues de promotion pour leur soutien et encouragements



Dédicace :

*Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents qui m'ont soutenu
durant tous mon cursus
À mes frères Smail et Yacine
À ma chère sœur Malha
À tous mes amis Nadia, Hassina et Rachid
À mon binome Bdada*

<http://maomao520.yeah.net>



Nabila



Dédicace :

Je dédie ce modeste travail à :

*Mes très chers parents qui ont consacré toutes leurs vies pour mon
éducation et mes études.*

A mes frères : Massinissa, abd el Aziz, Saïd.

A mes sœurs : Meriem, Louiza, Chahrazed et ses maries

*A mes grands-parents, mes tantes, mes oncles, mes cousins, mes cousines
et à toute ma honorable famille.*

Mon binôme Nabila.

A tous mes amies et mes copines de chambre.

*A mon cher mari Bellache Yaghmouracen qui m'a toujours aimé, motivé, et
soutenu et à ses parents et toute son honorable famille.*



Bdada

Liste d'abréviation

LISTE DES ABREVIATIONS

BET	Brunaour Teller Hemert
Cc	Coefficient de courbure
Cu	Coefficient de Hazan
DRX	La diffraction à rayon X
Dv	Diamètre moyen en volume
Ds/v	Diamètre moyen en surface par volume
D₁	Dimension initiale des particules
D₂	Dimension finale des particules
E	Energie consommée (KW/ kg)
Gr	Grindabilité
G	Gramme
K	Coefficient de répartition de la minéralisation
Kg	Kilogramme
K_R	Constante de Rittinger
K_k	Constante de kick
N	Le nombre de quartages
N_R	Vitesse de révolution de disque (broyeur) en tr/mn
M_T	Masse témoin
MM	Millimètre
Min	Minute
LTMGP	Laboratoire de technologie des matériaux et du génie des procédés
P/P₀	Pression relative
P	Puissance du broyeur
Q_i	Masse de l'échantillon vérifiant la loi de Richards en (kg)
Q	Capacité théorique d'un concasseur a mâchoire (en t/h)
S₀	Surface spécifique
S₁	Surface des particules avant fragmentation
S₂	Surface des particules après fragmentation
V_{UMIC}	Volume des ultra-micropores.
S_{MIC}	Volume microporeuse
S_{BET}	Surface BET

S_{EXT}	Surface externe
T_r	Tour
R_r	Rapport de réduction
V	Vitesse
V_{ads}	Volume adsorbé
V_{PT}	Volume poreux total
W	Energie de bond (kwh)
W_I	Vitesse de bond
Δs	Variation de la surface spécifique
η	Coefficient énergétique

Liste des figures

Listes de figures

Figure I.1 : Situation géographique des gisements de Djebel Onk.....	15
Figure II.2 : broyeur planétaire.....	24
Figure II.3 : Trois régimes différents possibles dans un broyeur à boulets : la vitesse de rotation croît de (a) à (c).....	25
Figure II.4 : schéma représentant les deux forces centrifuges F_r et F_p appliquées à une bille dans un broyeur planétaire.....	26
Figure II.5 : Type de broyeurs.....	31
Figure II.6 : les corps broyant.....	31
Figure II.7 : la vitesse de rotation de la particule.....	33
Figure II.8 : Géométrie du remplissage de la charge de boulets (Austin et al. 1984).....	34
Figure II.9 : Variation du taux de broyage en milieu humide (Austin et al, 1984).....	36
Figure III.10 : Schéma de protocole expérimental de broyage par voie sèche.....	41
Figure III.11 : Concasseur à mâchoire.....	43
Figure III.12 : Quartage manuelle.....	44
Figure III.13 : Broyeur à disques et anneaux oscillants.....	46
Figure III.14 : Les corps (disques) broyant.....	46
Figure III.15 : Tamiseuse électrique.....	48
Figure III.16 : Balance électrique.....	48
Figure IV.17 : courbe granulométrique des échantillons de minerai avant broyage.....	53
Figure IV.18 : courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage a différents temps de broyage, (Vitesse de broyage= 600 tr/min).....	54
Figure IV.19 : courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage a différents temps de broyage, (Vitesse de broyage= 700 tr/min).....	54

Figure IV.20 : courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage a différents temps de broyage, (Vitesse de broyage= 800 tr/min).....	55
Figure IV.21 : courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage a différents temps de broyage, (Vitesse de broyage= 900 tr/min).....	55
Figure IV.22 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage à différents temps de broyage, (Vitesse de broyage= 1000 tr/min).....	56
Figure IV.23 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage (V=600 tr/min).....	57
Figure IV.24 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage (V=700 tr/min).....	58
Figure IV.25 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage (V=800 tr/min).....	58
Figure IV.26 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage (V=900 tr/min).....	59
Figure IV.27 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage (V=1000 tr/min).....	59
FigureIV.28 : Variation de l'énergie de Bond en fonction du temps et de la vitesse de broyage.....	62
Figure IV.29 : Variation de l'énergie de Bond en fonction du temps et de la vitesse de broyage.....	62
2Figure IV.30 : Energie consommée en fonction de ma vitesse pour différentes temps de broyage.....	63
Figure IV.31 : Variation de diamètre équivalent en volume en fonction de temps broyage à différentes vitesse de broyage.....	64
Figure IV.32 : Variation de la surface spécifique en fonction de temps broyage à différentes vitesse de broyage.....	64
Figure IV.33 : Variation du coefficient énergétique en fonction de la vitesse et du temps de broyage (min).....	65

Figure IV.34 : Variation de la broyabilité (Gr) en fonction de la vitesse et du temps de broyage (min).....	65
Figure IV.35 : Diffractogramme des rayons X: (a) Phosphate noir brut (avant broyage), (b) après broyage à V=600 tr/min, t =5min, (c) après broyage V=1000 tr/min, t=20min.....	67
Figure IV.36 : Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir (avant broyage).....	69
Figure IV.37 : Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir après le broyage sec (V=600 tr/mn, t= 10 mn) (E ₁₂).....	69
Figure IV.38 : Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir après le broyage (V=1000 tr/mn, t=10 mn) (E ₅₂).....	70
Figure IV.39 : Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir après le broyage (v=1000 tr/mn, t=20 mn) (E ₅₄).....	70
Figure IV.40 : Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (avant broyage).....	72
Figure IV.41 : Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 k sur le phosphate noir après broyage (V=600 tr/mn, t=10 mn) (E ₁₂).....	72
Figure IV.42 : Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (après le broyage E ₅₂).....	73
Figure IV.43: Courbe de BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (après broyage(E ₅₄)).....	73
Figure IV.44 : Diagramme t-plot de phosphate noir (après le broyage sec (E _T)).....	77
Figure IV.45: Diagramme t-plot de phosphate noir (après le broyage sec(E ₁₂)).....	78
Figure IV.46 : Diagramme t-plot de phosphate noir (après le broyage sec (E ₅₂)).....	78
Figure IV.47 : Diagramme t-plot de phosphate noir (après le broyage sec (E ₅₄)).....	79
Figure IV.48 : Transformation de Dubinin-Radushkevich de l'échantillon témoin.....	80

Figure IV.49 : Transformation de Dubinin-Radushkevich de (E_{12}) apres le broyage sec.....	80
Figure IV.50 : Transformation de Dubinin-Radushkevich de (E_{52}) apres le broyage sec.....	81
Figure IV.51 : Transformation de Dubinin-Radushkevich de (E_{54}) apres le broyage sec.....	81
Figure IV.52 : Rpartition de la surface des pores de l'échantillion (12) en adsorption (méthtodeBJH).....	82
Figure IV.53 : Rpartition de la surface des pores de l'échantillion (52) en adsorption (méthtodeBJH).....	83
FigureIV.54 : Répartition de la surface des pores de l'échantillion (54) en adsorption (méthode BJH).....	83

Liste des tableaux

Liste du tableau

Tableau I.1 : Principaux phosphates de calcium	9
Tableau II.2 : Caractéristiques des appareils de broyage fin et ultrafin.....	28
Tableau II.3 : Les coefficients de remplissage du corps broyant.....	32
Tableau III .4 : Caractéristiques du concasseur à mâchoire.....	42
Tableau III.5 : Caractéristiques de broyeur à disques utilisé.....	45
Tableau III.6 : Caractéristiques de la tamiseuse électrique.....	47
Tableau III.7 : En rassemblent les échantillons dans ce tableau suivante.....	50
Tableau IV.8 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de minerai avant et après broyage (V= 600 tr/min).....	60
Tableau IV.9 : Coefficients granulaires en fonctions de temps de broyage à différentes vitesses de broyage.....	61
Tableau IV.10 :Données du modèle BET pour le phosphate noir brut.....	74
Tableau IV.11 : Volume total des pores pour les différents échantillons étudiés.....	76
Tableau IV.12 : Résultats de la caractérisation des micropores et de la surface externe.....	79
Tableau IV.13 : Volume microporeux de phosphate noir avant le broyage et après le broyage.....	81
Tableau IV.14 : Caractérisation des pores de phosphate noir après le broyage sec.....	84

Sommaire

Sommaire

Introduction générale.....	01
----------------------------	----

CHAPITRE I

GENERALITE SUR LE MINERAI DE PHOSPHATE- DE DJBEL ONK

I.1- Introduction	3
I.2.Généralités	3
I.2.1. Historique	3
I.2.2- Le phosphate	4
I.2.3.Origine et ressources naturelles de phosphate.....	5
I.2.4. formation des gisements du phosphate :	6
I.2.5.Minéralogie des phosphates naturels :	6
I.2.5.1.Les phosphates sédimentaires.....	6
I.2.5.2.Les phosphates magmatiques où ignée.....	7
I.2.6. Caractéristiques générales des phosphates	7
I.2.6.1. Caractéristiques pétrographiques.....	7
I.2.6.2. Caractéristiques minéralogiques.....	8
I.2.6.3. Caractéristiques morphologiques	10
I.2.7. Nature et composition des phosphates naturels.....	11
I.2.7.1. Phosphates macro-cristallins	11
I.2.7.2. Phosphates microcristallins	11
I.2.7.3. Phosphates cryptocristallins	11
I.2.8. Chimie des phosphates	11
I.2.9. Propriétés physico-chimique des phosphates	12
I.2.10. Les gisements de phosphate dans le monde	12
I.3. Présentation des gisements de phosphate Algérien.....	13
I.3.1. Aperçu sur la production du phosphate Algérien.....	13
I.3.2. Aperçu sur le gisement de Djebel Onk.....	13

I.3.2.1. Aperçu géologique.....	13
I.3.2.2. Situation géographique de Djebel Onk.....	14
I.3.2.3. Les différents gisements de phosphate de Djebel-Onk	14
I.3.2.4 Caractéristiques du minerai de phosphate de Djebel Onk.....	15
I.3.3 Présentation des phosphates de Kef Es Sennoun.....	17
I.3.3.1 Composition lithologique	17
I.4. Conclusion	18

CHAPITRE II

TECHNOLOGIE DE FRAGMENTATION

II.1. Introduction	19
II.2.Généralités	19
II.2.1.Choix d'une technologie	19
II.2.3. Quantification des phénomènes de la fragmentation	20
II.2. Aptitude à la fragmentation – broyabilité.....	20
II.2.4.Lois énergétiques	21
II.3.Fragmentation Grossière- Concassage	22
II.3.1. Les types du concasseur.....	22
II.4. Fragmentation fine –Broyage	24
II.4.1. Appareillage – type de broyeurs	24
II.4.3. Variable d'opération -Calcul de Broyeurs à corps broyant libres.....	31
II.4.3.1.Puissance consommée	32
II.4.3.2. La vitesse de rotation.....	32
II.4.3.3. La charge de boulets- fraction volumique de boulets (J).....	33
II.4.3.4. La charge de minerai (fc)	35
II.4.3.5. Viscosité de la charge.....	37

II.4.3.6. La forme des boulets	37
II.5.Effet de la dimension des boulets sur le broyage	37
II.6. Effet de la concentration en solides de la pulpe sur le broyage.....	38
II.7. conclusion.....	39

CHAPITRE III

METHODES ET MATERIEL

III.1. Introduction	40
III.2. Traitement et préparation de la matière première	42
III.2.1 . Préparations mécaniques	42
III.2.1.1. Concassage.....	42
III.2.1.2. Homogénéisation	43
III.2.1.3. Quartage	43
III.2.1.4. Broyage	44
III.2.1.4. Principe de fonctionnement	45
III.2.2. Analyse granulométrique.....	47
III.2.2.1 Définition	47
III.2.3.Etude de la variation des paramètres de broyage sur les caractéristiques minéralogiques du minerai de phosphate noir de la mine de Djebel Onk	48
III.2.3.1 Paramètres de broyage	48
III.2.3.2 Détermination des caractéristiques granulométriques	50

CHAPITRE IV

PARTIER EXPERIMENTALE

IV.1. Caractérisation des échantillons avant et après broyage	53
IV.1.1. Caractérisation granulaires	53
IV.1.1.1. Analyses granulométriques.....	53
IV.1.1.2. Aire de la courbe granulométrique	56
IV.1.1.3. Diamètres caractéristiques et rapport de réduction.....	60
IV.1.1.4. Les coefficients caractéristiques de la granulométrie	61

IV.1.1.5. Energie de broyage	62
IV.1.1.6. Diamètres équivalents et variation de la surface spécifique (ΔS).....	63
IV.1.1.7. Coefficient énergétique et la broyabilité.....	65
IV.1.2 Caractérisation minéralogique.....	66
IV.1.2.1 Introduction.....	66
IV.1.2.2 Analyse minéralogique par diffraction de rayons.....	66
IV.1.3 Caractérisation texturale.....	68
IV.1.3.1 Isothermes d'adsorption et de désorption	68
IV.1.3.2 Exploitation des isothermes d'adsorption et de désorption d'azote pour l'étude de la texture des matériaux.....	71
Conclusion générale.....	85

Introduction Générale

Introduction générale

L'Algérie étant l'un des principaux producteurs de phosphate cette substance indispensable et irremplaçable, couvre une partie non négligeable du marché international et qui peut se faire augmenter, puisque les réserves algériennes en minerai de phosphate sont énormes .

Le phosphate trouve une vaste utilisation en agriculture car il renferme dans sa gamme des produits marchands ; les engrais simple, binaires et complexes. Par ailleurs, on utilise dans l'industrie des détergents, pour l'usinage des métaux, et dans l'industrie chimique et pharmaceutique .

Il est important de dire qu'à un proche avenir et avec l'épuisement des réserves de certaines substances minérales de point de vue qualité, les entreprises minières devront extraire celle de moindre teneur et leur faire un enrichissement ce qui crée une tendance à revaloriser les méthodes d'exploitations et de traitement actuel à fin de satisfaire la demande nationale et internationale.

La fragmentation cherche toujours à satisfaire des exigences relatives à des utilisations ultérieures. La fragmentation est une opération si coûteuse en investissement, en énergie et en maintenance, que ces postes peuvent conditionner le choix et l'assemblage des appareils et / ou mettre en cause la pertinence même de la mise en œuvre. En fragmentation, la réduction de la consommation énergétique n'est pas le seul but à rechercher, d'autres objectifs sont aussi importants : La répartition granulaire, la maille de libération, la morphologie des grains et la réactivité de surface .

Le broyage est l'étape de la comminution ou il est essentiel de contrôler la dimension du produit broyé. Un broyage est l'étape de la comminution ou il est essentiel de contrôler la dimension du produit broyé. Un broyage grossier a pour but résultat une faible récupération du minerai de valeur alors qu'un broyage fin a pour résultat un coût élevé à cause du rebroyage.

La quantité d'un produit de broyage est en générale définie par deux caractéristiques de minerai broyé : La dimension des grains broyés est la qualité de la surface des grains séparées (facteur intra ou inter granulaire)[1].

De ce fait, un des aspects caractérisant l'efficacité de la phase de comminution est la libération des minéraux de valeur de la gangue avec un faible pourcentage de particules

mixte . La réduction de la taille des grains, de ces même minéraux, à une dimension compatible avec le procédé de concentration (tout en garantissant des propriétés physiques et chimiques optimales pour les opérations de traitements) est également un aspect important[1].

En comminution l'étape de broyage représente l'étape ou l'opération de réduction est très efficace. L'inefficacité énergétique entraîne une surconsommation de l'énergie électrique des équipements de broyage et , par conséquent de l'usine. Le coût du broyage peut atteindre plus d'équipements de broyage et, par conséquent de l'usine. Le coût du broyage peut atteindre plus de 50% de l'énergie totale utilisée par le concentrateur et la mine. Une meilleure connaissance de la broyabilité du minerai d'optimiser cette opération.

L'objectif de notre travail consiste à étudier l'influence des paramètres de broyage sur la caractérisation minéralogique et texturale du minerai de phosphate de gisement de Kef Es Sennoun (Mine de Djebel-Onk-Tebessa) à savoir le temps et la vitesse de broyage.

La réalisation de ce travail a nécessité l'utilisation de différentes méthodes de caractérisation sur les matières premières et produits finaux, qui consistent en analyse sur :

- ✓ La composition minéralogique par la diffraction des rayons X.
- ✓ La mesure de la surface spécifique passe par la détermination de la capacité d'adsorption des produits (isothermes d'adsorption et désorption)

Après cette introduction sur les motivations de ce travail, il convient que le présent mémoire est structuré de la façon suivante :

Chapitre I : Généralité sur le minerai de phosphate – phosphate de Djebel Onk.

Chapitre II : Technologie de fragmentation.

Chapitre III : Méthode et Matériel suivi pour réaliser notre étude.

Chapitre IV : Est consacré à la discussion des résultats et à la caractérisation minéralogique suivi de la caractérisation texturale des produits étudiés.

Enfin nous terminerons avec une conclusion générale et perspective.

Chapitre I

I.1- Introduction

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

L'Algérie est un pays riche en divers substance utile dont la majorité n'est pas encore mise en valeur, le sol Algérien contient des réserves minéraux, fer, phosphate, plomb zinc cuivre baryte argiles pouzzolane marbre et autres qualité en gypse et calcaire [02].

Le complexe minier de **DJEBEL ONK**, est spécialisé dans l'exploitation et le traitement des phosphates. Il Appartient au groupe SOMIPHOS Les réserves de ces derniers sont de l'ordre de quelques milliards de tonnes. Le grand gisement de Djebel Onk, au Sud de Tébessa, exploité depuis 40 ans, renferme environ la moitié de ces réserves/ressources [02].

Ces réserves ne constituent qu'une partie de celles que recèlerait le bassin phosphater. Au rythme actuel de la production, la durée de vie de ces réserves/ressources approcherait deux siècles [02].

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

Les principaux gisements de phosphate sont :

- Djebel Onk Sud : 500 Mln tonnes, 24 - 30 % en P_2O_5 et 2-3% en MgO
- Djebel Onk Nord : 100 Mln tonnes, 20-26 % en P_2O_5 et 3.1 % en MgO
- M'Zaita : 29 Mln tonnes, 23 % - 31% en P_2O_5
- Ras El Oued : 0.7 Mln tonnes, 26 % - 27% en P_2O_5
- El Kouif : 27 Mln tonnes, 25 % - 30 % en P_2O_5
- Djebel Dyr : 8 Mln tonnes

I.2.Généralités

I.2.1. Historique

L'intérêt pour la nature des minéraux utiles est apparu chez l'homme il y'as longtemps, à l'aube de la préhistoire de l'humanité, mais de tout temps et chez tous les peuples le développement de la géologie n'a connu son essor que lorsque cette science s »est trouvé intimement liée au besoin de la société humaine.

En 1669, un Alchimiste de Hambourg, Henning Brandt découvrit une extraordinaire substance. Le hasard de patients travaux, orienté vers la recherche de la pierre philosophale, l'avait mis en présence de phosphate. Ce mot fut rapidement adopté pour désigner un corps mystérieux, capable de luire dans l'obscurité et de s'enflammer spontanément au contact de l'air.

En 1769 Scheele montra que le phosphore est un constituant de l'os, et dès l'année suivante, il mit au point un procédé de préparation.

A partir de la fin de XVIII^{ème} siècle, le phosphore joua un rôle essentiel dans le développement de l'industrie et de l'agriculture. Dans le même temps l'importance de phosphore s'affirme dans les phénomènes de la vie.

Un synchronisme heureux semble s'établir entre l'apparition et l'explication de nouveau besoin de découverte de nouvelles ressources et la possibilité de leur faire subir divers traitement pour les rendre plus efficaces.

Des explorations et prospections font découvrir d'immense gisement de phosphates que l'industrie chimique transforme en une gamme de produits dont l'agriculture tire un profit grandissant [03].

I.2.2- Le phosphate

Le phosphore est un élément peu abondant dans l'écorce terrestre, sa teneur est de 1180ppm. Il n'est jamais à l'état pur. Il s'agit d'un élément indispensable à la vie puisqu'il entre dans la composition du noyau des cellules de tous les êtres vivants. Le phosphore est, en général, associé à l'oxygène pour former le radical des phosphates PO_4 .

Dans la classification minéralogique de Palache, Berman et Frondel (1951) ; les phosphates, les arsenates et les vanadates forment un ensemble conséquent de minéraux. Abalain et al (1968), ainsi que Palache et al (1951) ont recensé plus de 2000 noms de minéraux phosphatés. De nos jours, cependant, à peine 300 espèces minérales distinctes sont considérées.

Pour avoir une idée de la complexité des minéraux phosphatés, il convient de rappeler que :

- le radical PO_4 peut se combiner avec plus de 30 éléments.
- Il peut se produire un grand nombre de substitutions entre ions similaires.
- Pratiquement tous les éléments (quelquefois en traces) peuvent se retrouver dans ces minéraux.

- Les substitutions P-As-P entre phosphates et arsenates (avec formation de solutions solides complètes) sont très communes.
- À des températures élevées, des substitutions entre phosphates et silicates restent possibles [04].

I.2.3. Origine et ressources naturelles de phosphate

Le minerai commercial typique de phosphore est un concentré calcio-phosphaté avec environ 35 à 38% de P_2O_5 et 3 à 4% de fluor, les principales impuretés étant :

- La silice, généralement sous la forme de grains de quartz ;
- Les argiles ;
- Les phosphates d'aluminium ;
- Les oxydes et les hydroxydes de fer.

Les éléments accessoires les plus communs sont les terres rares (quelquefois en teneurs significatives), U, Sr, Ba, Mg et Zn. Les sources naturelles de phosphore pour l'industrie des engrais sont au nombre de quatre :

- Les phosphorites (85% des roches phosphatées connues) : roches d'origine sédimentaire (habituellement sédiments marins stratifiés) et méta sédimentaire, avec des teneurs élevées en minéraux du groupe de l'apatite ;
- Les roches phosphatées d'origine ignée : les apatites des carbonatâtes sont les plus communes ;
- Les phosphates aluminés : de grande complexité chimique et minéralogique et de basses teneurs en phosphore (d'où limitation de leur utilisation) ;
- Les accumulations phosphatées biogéniques : guano, variété de phosphorite de composition complexe.

Ces roches présentent toutes des pourcentages significatifs des minéraux du groupe de l'apatite mais rarement en concentration suffisamment élevée pour permettre leur utilisation directe.

Les roches sédimentaires présentent des compositions chimiques variées, essentiellement, à cause des divers types de gangue leur étant associés.

Comparées aux roches phosphatées d'origine ignée, elles renferment notamment plus de carbonates, de fluorures, de fer et d'aluminium. Les roches phosphatées d'origine sédimentaire présentent également de hautes teneurs en cadmium, dont la présence dans les engrais phosphatés est fortement indésirable. Le fait que des roches phosphatées d'origine ignée

puissent renfermer peu ou prou de cadmium facilite grandement leur marché (Albuquerque [1996]) [05].

I.2.4. formation des gisements du phosphate :

Le minerai de phosphate (roche concentrée en sels de phosphate) est une roche sédimentaire dite exogène : elle se forme par concentration lorsque des ions phosphate précipitent dans une roche en diagenèse. Les formes biogènes, telles les guanos d'oiseaux et de chauve-souris, sont exploitées depuis des siècles. La valence du phosphore est une valence stable. On observe donc la formation de $(\text{PO}_4)^{2-}$.

Les diverses formes de la roche de phosphates sont les suivantes :

- Apatite:(calcium, magnesium, azote) $10(\text{PO}_4)^{6-x}(\text{CO}_3)_x\text{F}_y(\text{F},\text{OH})_2$;
- Pristine : fluorapatite ;
- Francolite : par substitution PO_4 en CO_3^{3-} ;
- Dahlite:par substitution F en OH ;
- Thuyaminite : contient une phase d'uranium jaune ; Vivianite : phosphate de fer ;
- Pyromorphile : phosphate de plomb ;
- Turquoise : phosphate de cuivre et aluminium.

Des substitutions du calcium sont aussi possibles avec le potassium, les trontium, l'uranium, et le thorium. PO_4 peut se substituer par SiO_4 , AsO_4 , VO_4 . L'uranium contenu en substitution peut être utilisé pour une datation absolue aux isotopes radioactifs. La solubilité des phosphates augmente avec la présence de carbonates. La présence de magnésium empêche la croissance de l'apatite.

Les gisements de phosphate naturel (PN) sont répartis géographiquement et géologiquement dans le monde entier, et les très grandes ressources existantes sont capables de satisfaire à la demande calculée pour un avenir prévisible [05].

I.2.5.Minéralogie des phosphates naturels :

I.2.5.1.Les phosphates sédimentaires

Ils fournissent plus de 85 % de la production mondiale, Ils sont très répandus et se rencontrent dans des étages géologiques très variés, mais tous les gisements recensés ne sont pas nécessairement exploitables .La situation géographique des gisements, les travaux à entreprendre pour extraire le minerai et les opérations que ce dernier doit subir pour devenir marchand limitent leur exploitation.

La formation de ces gisements résulte de la précipitation de phosphates au fond des mers peu profondes [03].

I.2.5.2. Les phosphates magmatiques où ignée

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

Les apatites d'origine ignée se caractérisent en usine par une attaque acide qui comporte quelques difficultés. Si leur richesse élevée en P_2O_5 permet d'obtenir aisément du super phosphate (20 % P_2O_5) soluble dans l'eau; leur inconvénient c'est qu'ils exigent des précautions et des traitements en cours de fabrications et de mûrissement que les phosphates sédimentaires ne réclament pas [03].

I.2.6. Caractéristiques générales des phosphates

Les études de caractérisation des échantillons de phosphate naturel (PN) devraient fournir des données sur:

- la composition de l'apatite, des autres minéraux phosphatés et des minéraux de la gangue
- les quantités relatives d'espèces minérales présentes (estimées)
- la dimension des particules des divers minéraux dans la structure du PN, etc. Il est possible de combiner ces informations avec une analyse chimique complète pour déterminer la distribution des espèces chimiques au sein des composants minéraux.

En se basant sur une telle évaluation, il est possible d'estimer le potentiel d'enrichissement, de suggérer des voies possibles d'enrichissement, et de faire une évaluation préliminaire de l'adaptation des PN aux différents procédés de production d'engrais et/ou de leur adéquation pour l'application directe [03]

I.2.6.1. Caractéristiques pétrographiques

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

- Fine et homogène (100 à 20 μm phospharénites fines).

- Moyenne et hétérogène (300 à 50 μm phospharénites).
- Grossière et hétérogène (800 μm à 0,3 mm phospharénorudites)[03].

I.2.6.2. Caractéristiques minéralogiques

Une analyse du P_2O_5 total d'un minerai potentiel n'est pas un critère sûr pour estimer la teneur en apatite et évaluer un gisement de phosphate. Les minéraux accessoires non phosphatés les plus communs liés aux phosphates naturels (PN) sédimentaires sont le quartz, les argiles et les carbonates (dolomie et calcite). Les PN à ciment carbonaté sont particulièrement remarquables en raison de leur abondance. Le quartz peut se rencontrer en tant que grains détritiques ou en tant que variétés microcristallines. Il peut être particulièrement difficile de détecter un ciment siliceux dans des échantillons en utilisant la microscopie optique en raison de sa nature anisotrope et de son apparence similaire à la francolite microcristalline. Les minéraux argileux et silicatés trouvés dans les PN sédimentaires comprennent des feldspaths et des micas (biotite et muscovite), l'illite, la kaolinite, les smectites ainsi que des zéolites. Les minéraux fréquemment liés à l'apatite magmatique comprennent la néphéline, les feldspaths alcalins, les micas, les pyroxènes et les amphiboles. Par contre, La calcite, la dolomie et la magnétite sont des minéraux souvent liés aux gisements d'apatite carbonatée. (Slansky M., 1980) [03].

I.2.6.2.1. Les apatites

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

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

Les apatites constituent une famille de minéraux définie par la formule chimique $\text{Me}_{10}(\text{XO}_4)_6\text{Y}_2$ [W2], où Me^{2+} représente un cation divalent généralement (Ca^{2+} ou encore Cd^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Ba^{2+} ...), XO_4^{3-} un groupement anionique trivalent comme (PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , VO_4^{3-} , MnO_4^{3-} ...) et Y^- un anion monovalent, le plus souvent (OH^- , Cl^- , F^-) [A].

L'apatite de référence est la fluorapatite de formule $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ dans laquelle le fluor (F^-) peut être remplacé par l'ion chlorure ou l'ion hydroxyle pour donner respectivement la chloroapatite et l'hydroxyapatite [W4].

L'hydroxyapatite est un matériau idéal pour des endiguements à long terme à cause de sa capacité d'adsorption pour les métaux lourds, faible solubilité dans l'eau, grande stabilité sous les conditions réductrice et oxydante, disponibilité et à prix modique [YY].

Les propriétés de dissolution de ces phosphates de calcium dépendent de leurs caractéristiques physico-chimiques, en particulier le rapport molaire Ca/P, de la structure cristallographique et de la surface spécifique. Ainsi, en fonction du rapport molaire Ca/P, nous pouvons définir plusieurs familles d'ortho-phosphate de calcium. Voir le tableau I.1 [06].

Tableau I.1 : Principaux phosphates de calcium [06]

Symbole	Phosphate de calcium	Formule chimique	Ca/P
MPCA	Phosphate monocalcique anhydre	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	0,50
MPCM	Phosphate monocalcique hydraté	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,50
DCPA	Phosphate dicalcique anhydre	CaHPO_4	1,00
OCPD	Phosphate dicalcique dihydraté	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1,00
	Phosphate de calcium α , β ou γ	$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$	1,00
OCPt	Phosphate octocalcique triclinique	$\text{Ca}_8(\text{PO}_4)_4(\text{HPO}_4)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1,33
OCPa	Phosphate octocalcique apatitique	$\text{Ca}_8(\text{PO}_4)_{3,5}(\text{HPO}_4)_{2,5}(\text{OH})_{0,5}$	1,33
OCPam	Phosphate octocalcique amorphe	$\text{Ca}_8(\text{PO}_4)_4(\text{HPO}_4)_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	1,33
CP (α ou β)	Phosphate tétracalcique α ou β	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1,50
TCPA	Phosphate tétracalcique apatitique	$\text{Ca}_9(\text{PO}_4)_5(\text{HPO}_4)(\text{OH})$	1,50
ACP	Phosphate tétracalcique amorphe	$\text{Ca}_9(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2(\text{OH})_2$	1,50
HAP	Hydroxyapatite phosphocalcique	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	1,67
TTCP	Phosphate tétracalcique	$\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$	2,00

I.2.6.2.2. Les minéraux de gangue

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

Les carbonates sous deux formes principales : la calcite CaCO_3 et la dolomite $\text{Ca, Mg}(\text{CO}_3)_2$.

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

I.2.6.3. Caractéristiques morphologiques

Les fractions évoquées ci-dessous sont les plus fréquentes dans les exogangues des phosphatites qui peuvent éventuellement contenir encore, en plus ou moins grande quantité, du fer sous forme de sulfures, de carbonates ou d'oxydes, du gypse et parfois de la barytine.

En absence d'oxydation secondaire trop forte, l'exogangue est souvent riche en matière organique, surtout lorsqu'elle est argileuse[07].

I.2.6.3.1.L'endogangue

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

➤ Le quartz

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

➤ La matière organique

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

I.2.6.3.2. L'exogangue

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

I.2.7. Nature et composition des phosphates naturels

Le phosphate acquis son caractère physique de tendreté et de dureté par son alliage aux divers constituants tels que : l'argile, le sable, le quartz ou le calcaire.

Il se trouve sous différentes formes de gisements, parmi celles-ci on trouve :

I.2.7.1. Phosphates macro-cristallins

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

I.2.7.2. Phosphates microcristallins

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

I.2.7.3. Phosphates cryptocristallins

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

I.2.8. Chimie des phosphates

Les minerais phosphatés sont définis d'après leur teneur en P_2O_5 c'est-à-dire en anhydride phosphorique, mais cette teneur peut aussi être exprimé en phosphate tricalcique $(\text{PO}_4)_2\text{Ca}_3$ dont TPL (Tri basic phosphate of lime) ou BPL (Bône phosphate of lime).

La conversion des deux est donnée par la relation suivante :

$$1 \text{ TPL} = \text{BPL} = 2,185 \text{ P}_2\text{O}_5$$

Les études géochimiques effectuées sur une série de minerai de phosphate par différents auteurs, on mit en évidence l'association des éléments chimiques avec les phases minérales phosphatées telles que les argiles, les carbonates, les apatites, les silices, etc.

Les différents dosages des éléments constituant ces phases minéralogiques (P_2O_5 , MgO , CaO , SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , Na_2O , K_2O , etc.) ont permis de déterminer la répartition des éléments et leur liaison avec les phases minérales.

- Les éléments majeurs sont associés aux principales phases minéralogiques en présences minéralogiques en présence (apatite, argile, carbonate, silice). Les pertes au feu sont liées principalement aux argiles et aux carbonates.
- Les éléments mineurs et traces sont associés aux seules phases argileuse et phosphatée.
- Une série d'éléments caractérisant les argiles sont: Ba, Cr, Cs, Cu, Ga, Mo, Nb, Ni, Pb, Rb, Sb, Sn, Sc, Sr, V, Zn et Zr.
- Une série d'éléments caractérisant l'apatite: Ce, Dy, Er, Gd, Ho, La, Lu, Nd, Pr, Sm, Tb, Th, Tm, U, Y, Yb et Sr.

I.2.9. Propriétés physico-chimique des phosphates

Les phosphates de calcium et apatites présentent des propriétés très variables dépendant beaucoup de leur composition. Ils ont pour caractéristiques communes d'être tous des solides blancs (sauf s'ils sont dopés d'ions colorés), la plupart peu solubles et certains très insolubles. Ils sont stables thermiquement mais changent facilement de formule par substitution des éléments les constituant.

I.2.10. Les gisements de phosphate dans le monde

On peut citer une trentaine de pays producteurs de phosphate :

- a. Les gisements d'Europe: Le gisement le plus important est celui de la péninsule de Kola (URSS), on estime la production de ce gisement à plus de 20000 T/J. Il faut cependant signaler que dans les autres pays d'Europe, l'exploitation des gisements été progressivement abandonnée, c'est le cas de l'Allemagne, le suède, et la Norvège.
- b. Les gisements d'Amérique :Le Mexique et le Chili disposent de ressources assez limitées le premier fabricant du superphosphate est le Canada avec un gisement à la limite des provinces du Québec et de l'Ontario. Ce dernier produit environs 150000 tonnes annuellement. Les Etats Unis d'Amérique, avec les gisements de Florida et de Caroline du Nord est un plus grand producteur mondial du phosphate (150000 T/ans).
- c. Les gisements d'Asie : Les principaux producteurs sont : Israël, la Jordanie, le Japon jusqu'à a 1939 à raison de 200000 T par an, le Vietnam et la chine qui disposent de quelques ressources de phosphate reparties en nombreux petites gisements.
- d. Les gisements d'Afrique
 - L'Afrique de sud: Principalement le dépôt phosphaté de la baie de Saldanha.

- Le Sénégal : Avec le gisement de Taïba et de Thiès (100 km de Dakar, les réserves en minerai de phosphate sont estimées à plus de 500000 T.
- L’Egypte : qui produit de phosphate tricalcique dont la teneur en P_2O_5 (de 22 à 25 %).
- Les phosphates de Tunisie : sont moins riches (25 à 27% P_2O_5) que ceux de Maroc ; par contre leur solubilité critique est meilleur, d’où une utilisation directe en agriculture.
- Le Maroc : avec le gisement YOUSOUFIA et de KHOUROUBGA, fournit des produits d’environ 75% TPL.
- L’Algérie: les gisements de phosphates en Algérie sont exploités depuis la fin du 19^{ème} siècle. C’est la mine de A’ZAITA près de Sétif qui fut la première ouverte en 1889, son exploitation durant de nombreuses années avec une production de 400 à 800 mille tonne/an, a conduit à son épuisement. A Djebel Onk, situé à environ 100 km de Tébessa près de la frontière Tunisienne, la production annuelle est estimée à 900 mille tonnes. Il présente une capacité de réserves d’environ un demi-milliard de tonnes titrant 53 à 61 % en phosphate tricalcique (TPL) .Le phosphate de ce gisement fera l’objet de cette étude[03].

I.3. Présentation des gisements de phosphate Algérien

I.3.1. Aperçu sur la production du phosphate Algérien

Les ressources de la production de phosphates en Algérie sont localisées dans le gisement de Djebel Onk, située dans la wilaya de Tébessa. D’autres gisements de faible intérêt économique aux ressources limitées ou épuisées, ont été exploités, puis abandonnés au cours de la première moitié de ce siècle.

Il s’agit du gisement du Kouif dont la production a atteint plus de 500.10^3 t/an au cours des années 50 et qui est devenue insignifiante après l’indépendance. La consommation nationale de phosphate naturel a stagné depuis une vingtaine d’années à un niveau fluctuant entre 200 000 et 400 000 tonnes/an[08].

I.3.2. Aperçu sur le gisement de Djebel Onk

I.3.2.1. Aperçu géologique

Les phosphates Algériens ont été découverts à Boughari par P. Thomas, 1873, un peu avant les phosphates de Gafsa, 1885. Ce n’est que la fin 1906 début 1907 que L. Jouleau découvre le gisement de Djebel Onk dans le sud est constantinois et souligne les analogies lithologiques, stratigraphiques et structurales avec les phosphates du bassin de Gafsa, fournit des

coupes lithologiques détaillées des gîtes de phosphates de la zone de Djebel Onk et publie les premières analyses chimiques de minerai [06].

I.3.2.2. Situation géographique de Djebel Onk

La région de Djebel Onk est située au sud de l'Algérie, à 100 km au sud de la wilaya de Tébessa et à 20 km de la frontière Algéro-Tunisienne [09, 10,11]. Cette région constitue la limite géographique naturelle entre les hauts plateaux de Constantine et le domaine Saharien. Le massif de Djebel Onk forme un ensemble calcaire de 20 Km de longueur qui culmine à 1198 m d'altitude au Djebel Tarfaya. Ce massif constitue l'extrémité orientale des monts des Nememcha qui plongent vers l'Est le massif des Aurès. Les altitudes les plus basses au pied de Djebel Onk sont d'environ 635 m[09,10,04].

I.3.2.3. Les différents gisements de phosphate de Djebel-Onk

La région de Djebel Onk présente une série de sept gisements qui sont soumis à l'expertise ; trois sont attenants à l'exploitation (Djemi Djema Est et Ouest et Kef Es Sennoun) et trois en sont éloignés de 6 à 35 km (Djebel Onk nord, Bled el Hedba, Oued Betita).

- a. **Le gisement de Djemi Djema** : exploité depuis 1965 par l'EN Ferphos est situé à 7 Km à l'ouest de la ville de Bir EL Ater, ville située à 20 Km de la frontière Algéro-tunisienne.
- b. **Les gisements de Djemi Djema Est et Ouest** : ils s'étendent jusqu'à environ 1 kilomètre au Nord-Ouest de celle-ci.
- c. **Le gisement potentiel de Kef EsSennoun** : est situé à 2 Km de l'Ouest de Djemi Djema et à 1Km de l'extrémité occidentale de la carrière du gisement de Djemi Djema Ouest
- d. **Le gisement potentiel de Djebel Onk Nord** :est situé à 6 Km au Nord du centre minier de Djemi Djema. Il présente les meilleures ressources en phosphates dans tout le bassin phosphaté de Djebel Onk.
- e. **Le gisement potentiel de Oued Betita** : est le plus éloigné de tous les gisements étudié, il est situé à 35 km au sud de centre minier du gisement Djemi Djema et distant de 1 km de la série phosphatée de la Mide en Tunisie.
- f. **Le gîte de Bled El Hadba** : Situé à 14km au Sud-Est des gisements du flanc de Djebel Onk (Djemi Djema et Kef Es Sennoun) et à 6 Km de la frontière Algéro-tunisienne.

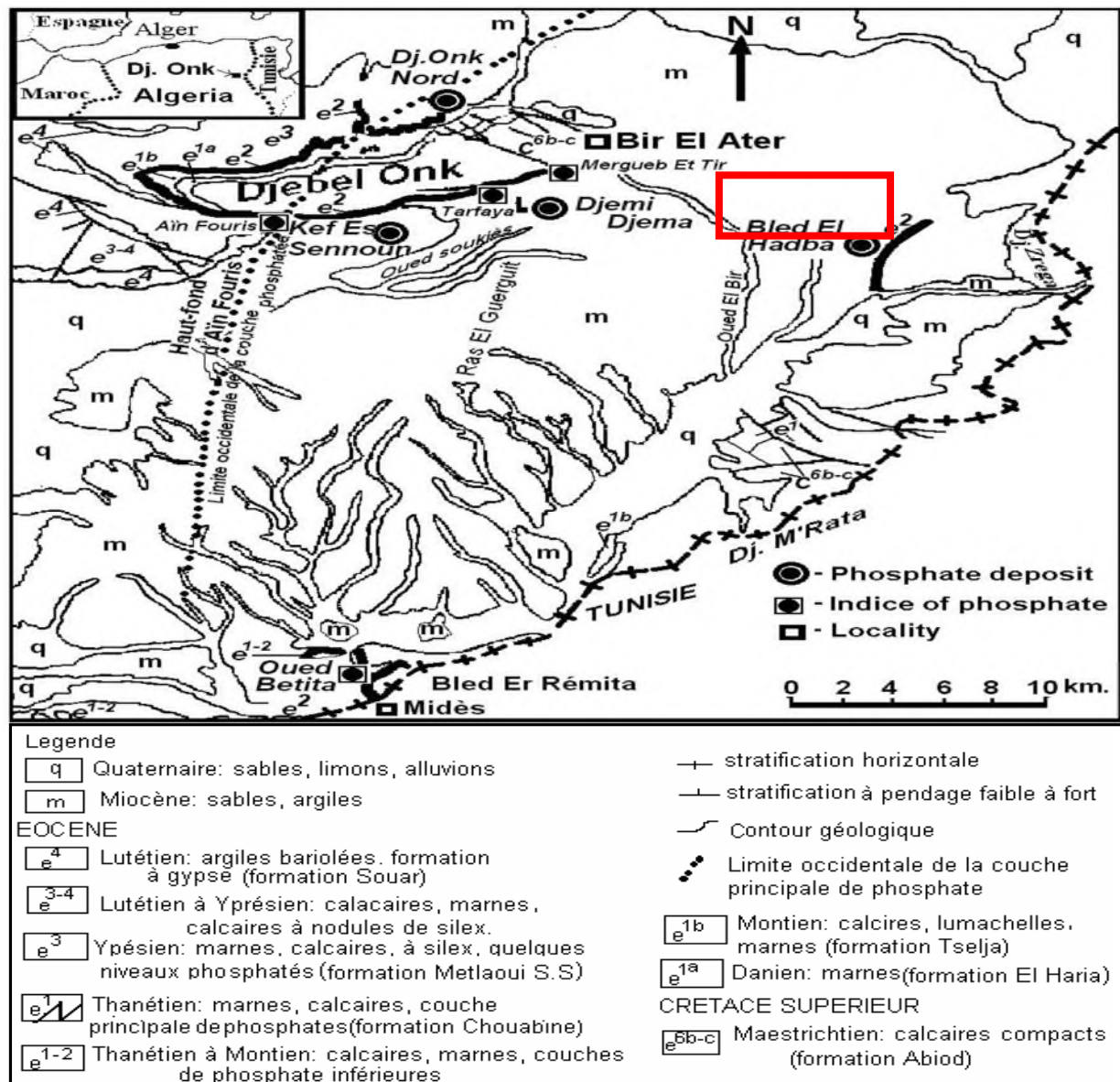


Figure I.1 : Situation géographique des gisements de Djebel Onk [12].

I.3.2.4 Caractéristiques du minerai de phosphate de Djebel Onk

a) Les caractéristiques minéralogiques

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

En revanche, l'apatite des phosphates du Djebel Onk est une carbonate fluorapatite, une francolite fortement substituée, avec un remplacement des ions PO_4^{3-} par des ions CO_3^{2-} et

SO_4^{2-} de l'ordre de 26%. En outre une surface spécifique et une porosité importante (20 m²/g et 15% environ) caractérisent les particules phosphatées [06].

b) Les caractéristiques chimiques

La composition chimique des minerais de phosphates diffère d'un gisement à l'autre. Le gisement Djemi Djema est constitué de deux parties de compositions chimiques différentes, nettement différenciables dans la couche : La partie inférieure riche en P₂O₅, pauvre en MgO, et une supérieure riche en P₂O₅ avec des teneurs élevées en MgO[06].

c) Caractéristiques pétrographiques

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

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

Ainsi, le phénomène de minéralisation s'exprime de différentes manières :

- Par épigénie de particules organiques (diatomées, radiolaires, coprolithes, micro pellets, particules algaires) ;
- Par phosphorisation de particules non organiques (pellets, lithoclastres, grains de quartz et de glauconie), et par phosphatation locale de la gangue carbonatée ;
- Par précipitation directe d'apatite dans le réseau inter cristallin [06].

Le gisement qui fait l'objet de notre travail est le gisement de Kef Es Sennoun.

I.3.3 Présentation des phosphates de Kef Es Sennoun

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

C'est un gisement géologiquement bien connu et qui présente des conditions minières qui permettent une exploitation à ciel ouvert mécanisée classique. L'importance du gisement se résume dans :

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

Le gisement de Kef Essenoun est caractérisé par :

- Une zone Nord dressant très accidentée.
- Un prolongement monoclinale des couches vers le Sud sous un angle de pendage (10-12°) au-delà des affleurements et une autre Asexué plonge les couches phosphatées qui sont plus profondes.
- Un minerai riche en P2O5 qui varie entre 25,05 à 27,94 % pour une moyenne de 26,53 % et pauvre en MgO dont la teneur varie entre 1,3 et 3 % pour une moyenne de 2,61%.
- Absence de sable.
- Accès facile vers les autres parties (extension et avancement).

I.3.3.1 Composition lithologique

La majeure partie du gisement est constituée par une couche unique de phosphate sombre gris-noir, sans intercalaire carbonatés stériles, toute au plus quelques niveaux phosphatés plus dolomitiques. La partie inférieure est généralement plus fine que la partie supérieure, et peut en outre renfermer les lamines bitumeuses.

Dans le détail, la couche est hétérogène et il existe de nombreuses variations verticales et latérales à l'intérieure des phosphates de granulométrie moyenne, à grossière, s'organisent en mégalentielles, en fonction des conditions hydrodynamiques locales.

Vers le Nord Est du gisement, apparaît une couche de phosphate claire, brun-beige, oxydée sus-jacent à la couche de phosphate noir[12].

Les faciès phosphaté sombre, gris-noir de Kef Es Sennoun présentent par passes métriques, des caractéristiques chimiques assez constantes : Teneurs élevées en P_2O_5 (26% à 30%), faibles teneurs en MgO, en règle générale moins de 2% à celles des minerais sombres de Djemi Djema Ouest. Les teneurs en fer sont constantes et faibles (1,2 à 1,4%). Les teneurs en SiO_2 sont plus élevées que dans les minerais noirs du gisement de Djemi Djema Ouest, en raison de la présence fréquente d'une matrice argileuse et d'une proportion plus importantes de grains de glauconie. Elles varient entre 3 et 4,5%. Les teneurs en carbone organique et SO_3 sont assez constantes : respectivement de 0,52 à 0,65% et de 2,85 à 3,25%. Ces valeurs sont du même ordre de grandeurs que celles déterminées pour les phosphates clairs, oxydés, du gisement de Djemi Djema Ouest, que l'on aurait eu tendance à considérer comme plus pauvres en matière organiques.

Le caractère bien classé et bien trié des différents faciès de phospharénites tend à indiquer une organisation sédimentaire en mégalenticilles, régi par l'hydrodynamisme du milieu marin.

Chimiquement, la couche productive est remarquable par ses bonnes teneurs en P_2O_5 et ses faibles teneurs en MgO, caractéristiques qui se trouvent d'ailleurs à l'échelle métrique, aussi bien dans les phosphates sombres que dans les phosphates claires. Les teneurs moyennes en P_2O_5 , par sondage, oscillent entre 25 et 27,9% pour une moyenne générale de 26,53%.

Les teneurs en MgO sont faibles et constantes sur pratiquement toute l'étendue du gisement. Elles sont comprises entre 2 à 3 % (moyenne de 2,61 %)[12].

I.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons exposé les origines et les différents types de phosphates naturels, ses principales caractéristiques, ses domaines d'utilisation ainsi qu'un aperçu sur les phosphates Algérien (Djebel-Onk).

Chapitre II

II.1.Introduction

Si le domaine de fragmentation est largement étendu sur le plan granulométrique, les technologies ont été pratiquement restreintes à un seul mode d'action consistant en la mise en œuvre des forces d'impact (compression). On distingue un domaine fin d'un domaine ultrafin. La limite entre les deux domaines correspond à un d_{80} de l'ordre de 20 à 30 μm [13].

Le broyage est l'opération qui s'applique à une tranche du domaine d'utilisation, en principe 6 mm à 200 μm . Selon la vitesse et le mode d'application de la contrainte, on parlera de compression (0,1-0,8 m/s), d'abrasion, de cisaillement, d'attrition, de percussion (15-200 m/s).

Le terme broyage, bien que ne s'appliquent en réalité qu'à une boucle des opérations de fragmentation, est très couramment utilisé pour désigner l'ensemble de ces opérations. Les différents types de broyage peuvent être classés en :

- Broyage à sec (moins de 2% d'eau dans le produit) ;
- Broyage semi-humide de 2 à 25 % d'eau dans le produit) ;
- Broyage en phase liquide ou broyage par voie humide (de 25 à 30% d'eau dans le produit) ;

La consommation énergétique de la fragmentation fine est de 5 à 6 Kwh/t pour un broyage grossier et peut atteindre 20 à 30 Kwh/t pour le broyage fin (plus coûteux !).

II.2.Généralités

II.2.1.Choix d'une technologie

Les modes de fragmentation classiques consistent à soumettre le solide à fragmenter à une contrainte créée par des forces de contact. La technologie des appareils de fragmentation tient compte des observations et des déductions suivantes :

- Paramètres intrinsèques du matériau.
- Énergie requise pour fracturer le matériau.
- Vitesse de déformation.
- Réduction des dimensions du matériau.
- Il sera nécessaire de fragmenter le matériau en plusieurs stades successifs impliquant différents appareils qui travaillent en série. Les critères pouvant guidé le choix d'une technologie sont :

- La consommation énergétique ;
- La capacité d'admission qui en fonction de la dimension des plus gros blocs ;
- Le rapport de réduction optimale, établi entre la dimension correspondant à 80 ou 85% en masse des produits à l'entrée (D_{80} ou D_{85}) et celle correspondant au même pourcentage des produits à la sortie (d_{80} ou d_{85}) ;
- L'étalement des granulométries à la sortie ;
- Le coefficient de forme moyen des fragments ;
- Le cout de la maintenance ;
- La nature de la substance à traiter, selon sa sensibilité aux contaminations possibles lors de la fragmentation (notamment l'usure des outils, mais aussi l'eau ou l'air) [13].

II.2.3. Quantification des phénomènes de la fragmentation :

Les tentatives de quantification ont fait l'objet de multiples travaux théoriques recouvrant aussi bien les aspects énergétiques et morphologiques que ceux des transformations ayant lieu dans les appareils de fragmentation[13].

II.2. Aptitude à la fragmentation – broyabilité

La résistance d'une matière a de son côté un influence majeure quant à la quantité d'énergie consommée. Cette résistance à la fragmentation est une composante plus ou moins complexe des diverses propriétés mécanique de la matière considérée, telles que la dureté, ténacité, compacité, résistance à la compression, à la flexion, au choc, etc...On la définit sous le nom d'aptitude au broyage, ou broyabilité. Pour l'aptitude à la fragmentation, on pourra indiquer les indices suivants :

- L'indice de Hardgrove (H_i) qui caractérise la friabilité du matériau ;
- L'indice de Bond (W_i) qui permet d'estimer l'énergie consommée pour réduire un matériau de dimension initiale en théorie infinie à un produit final dont 80% en masse passe au travers d'un tamis pourvu de mailles carrées de 100 μm de côté ;
- L'indice de Papadakis (coefficient d'aptitude à l'agglomération) qui représente la fraction de surface perdue suite à l'agglomération de particules ;
- L'indice d'abrasion qui caractérise l'usure des pièces en contact avec la matière à fragmenter (durée de vie des pièces).

Leur détermination se fait à partir d'essais bien définie sur des échantillons moyens prélevés sur des matériaux à fragmenter[13].

II.2.4.Lois énergétiques

Trois principales théories ont été émises pour décrire la relation liant l'énergie consommée E par le matériau et la réduction de la dimension D de ce matériau lors de la fragmentation. Jusqu'à présent, les hypothèses avancées pour élaborer cette relation ne sont pas rigoureusement prouvées puisque l'on ne sait toujours pas mesurer la quantité d'énergie réellement absorbée par les particules au cours de leur fragmentation. On ne peut mesurer que l'énergie totale consommée par l'appareil de fragmentation[13].

a. Loi de Rittinger

Von Rittinger postule que l'énergie consommée E est directement proportionnelle à la quantité de surface nouvellement créée. Il écrit alors la relation[1]:

$$E = K_r (S_2 - S_1) \quad (1)$$

Avec K_r : constante qui dépend à la fois du matériau et de l'appareil de fragmentation, S_1 et S_2 surfaces des particules, respectivement avant et après fragmentation.

Si l'on considère l'énergie spécifique, E' par unité de volume, on peut écrire :

$$E' = E/V = K_r(S_1/V - S_2/V) \quad (2)$$

$$E' = K_r(1/D_2 - 1/D_1) \quad (3)$$

Avec D_1 et D_2 dimensions initiale et finale des particules,

V : volume du matériau.

b. Loi de Kick

Pour Kick, l'énergie nécessaire pour fragmenter un matériau homogène est proportionnelle à la variation du volume, donc au rapport de réduction $R = D_1/D_2$. Cette deuxième loi de la fragmentation s'écrit alors[13] :

$$dE = -K_k dv \quad (4)$$

Soit $dE' = -K_k dv/v = -K_k dD/D \quad (5)$

Et l'on obtient alors après l'intégration,

$$E' = K_K \ln D1/D2 = K_K \ln R \quad (6)$$

c. Loi de Bond

Comme aucune des deux précédentes lois ne s'accordait bien avec l'ensemble des résultats observés lors des opérations de fragmentation industrielle, Bond [15] a proposé, en analysant une multitude de résultats expérimentaux, une troisième loi qui postule que l'énergie spécifique requise est inversement proportionnelle à la racine carrée de la nouvelle surface produite. Cette loi se veut un compromis entre celles de Rittinger et Kick. La forme générale de la loi de Bond s'écrit :

$$W = W_i \left(\sqrt{\frac{100}{D2}} - \sqrt{\frac{100}{D1}} \right) \quad (7)$$

$$W = 10W_i \left(\sqrt{\frac{1}{D2}} - \sqrt{\frac{1}{D1}} \right) \quad (8)$$

Avec : D1 et D2 dimensions, en micromètres, des grains respectivement avant et après fragmentation [13].

II.3. Fragmentation Grossière- Concassage

La fragmentation grossière inclut les opérations de pré-concassage et de concassage proprement dits pour les matériaux rocheux. On lui rattache également les opérations de démontage, de tranchage et de déchiquetage [13].

Les technologies des appareils de fragmentation grossière reposent sur la mise en œuvre de forces externes qui peuvent se rattacher à des actions de compression, de cisaillement et d'impact. La classification des appareils tient compte du mode d'action principal.

II.3.1. Les type du concasseur

Les principaux appareils sont les suivants :

a) Concasseurs à mâchoires

La chambre de concassage est constituée par deux mâchoires disposées en V dont l'une est fixe et l'autre mobile. Cette dernière est articulée autour d'un axe horizontal qui peut être placé à la partie supérieure de l'appareil ou à la partie inférieure. Les mâchoires opèrent entre deux plaques latérales. Les matériaux sont concassés par compression et s'évacuent par gravité [13].

b) Concasseurs giratoires

On caractérise un concasseur giratoire par les paramètres suivants :

- L'ouverture d'admission $A \times B$.
- Le diamètre à la base de la tête de concassage Φ .
- L'ouverture de décharge S .
- Le nombre de tours par seconde de la tête de concassage.
- Le nombre de tours de l'arbre moteur.
- L'excentricité de l'arbre.
- La puissance[13].

c) Concasseurs à cône

Dans un circuit multi-étage, on utilise couramment le concasseur à cône tête standard comme concasseur secondaire. On choisit cet appareil en fonction du produit délivré par l'étage primaire en tenant compte des contraintes suivantes :

- Dimension maximale des produits à l'entrée du concasseur : 62,5 cm.
- Dimension maximale des produits à la sortie du concasseur comprise entre 10 et 2 cm.
- Rapport de réduction compris entre 6 et 8[13].

d) Concasseurs à percussion

Les concasseurs à percussion ou concasseurs à impact sont employés à différents stades de la fragmentation. Les appareils à percuteurs rigides ne sont efficaces que si la masse des morceaux à fragmenter est suffisamment importante ; ils sont généralement utilisés comme concasseurs primaires et parfois comme concasseurs secondaires. Les concasseurs à marteaux articulés, pour lesquels la matière séjourne plus longtemps dans la chambre de concassage, peuvent être utilisés, sous certaines réserves, aux stades primaire, secondaire et tertiaire [13].

e) Concasseurs à cylindres

Le rapport de réduction d'un concasseur à cylindre est très faible en circuit ouvert. Il est compris entre 1,5 et 2. Pour des valeurs supérieures, il est nécessaire de fonctionner en circuit fermé avec un crible [13].

En alimentation libre, c'est-à-dire lorsque le volume de l'alimentation ne dépasse pas le volume du ruban théorique engendré par la rotation des cylindres et que la charge circulante est comprise entre 100 et 300 % de la masse de l'alimentation, on atteint des rapports de réduction compris entre 2 et 5. La production de fines est faible [13].

II.4.Fragmentation fine –Broyage

Broyage (appelé aussi dans certaines industries ‘pulvérisation’), la continuation de l’opération de réduction jusqu’à une dimension voisine de la taille des grains constitutifs de minerais ou de minéral, ou la réduction finale du minéral en très fine particules et se fait plus souvent par voie humide comme il peut aussi se faire par voie sèche[14].

II.4.1. Appareillage – type de broyeurs

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

- ❖ Les broyeurs à corps broyant libres : Ce sont des appareils cylindriques ou cylindro-coniques tournant autour de leur axe horizontal et contenant des corps broyant qui peuvent être des boulets, des barres ou des galets, ils sont utilisés à 95% dans les industrie. Le volume occupé par les corps broyant et la matière à broyer peut atteindre la moitié du volume inter blindage du broyeur. Les corps broyant, dont la quantité doit être maintenue constante (pour une qualité constante), sont en fonte, en acier, en silex ou en céramique. Le blindage est en fontes et aciers alliés, en caoutchouc ou en céramique. Les principaux broyeurs à corps broyant libres sont :
- La caractéristique d’un broyeur planétaire est de présenter deux rotations combinées effectuées selon des axes verticaux : c du plateau et celle des bols de broyages excentrés par rapport au centre du plateau (figure 2). Les bols de broyage sont placés en opposition sur leur post respectif pour ne pas déséquilibrer l’appareil. La vitesse de rotation du plateau est notée Ω et celle des bols est notée ω [15].

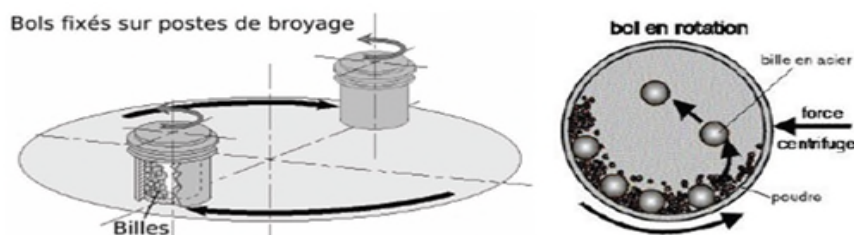


Figure II.2 : broyeur planétaire[15]

Les bols de broyage contiennent des billes comme corps broyants.

Dans un broyeur à boulets classique, le mouvement des boulets, utilisés en continu, discontinu, en voie humide ou en voie sèche, est fonction de la vitesse de rotation et du diamètre interne du broyeur. Ce mouvement a une influence sur les modes de broyage mis en

jeu pour broyer la poudre : percussion, l'impact et le frottement. Pour un même diamètre de broyeur, lorsque la vitesse augmente, les billes passent d'un régime dans lequel elles restent plaquées contre les parois du broyeur (figure II.2)[15].

Il existe plusieurs états de broyage selon la vitesse de rotation. Parmi eux :

- Si la vitesse est faible, un état de glissement de la matière (figure II.3a) donne lieu à un broyage par frottement.
- Lorsque la vitesse est trop importante, toute la matière est plaquée contre les parois du broyeur (figure II.3b), et la fragmentation ne peut se produire.
- Dans un broyeur à boulets ayant une vitesse intermédiaire entre les deux précédentes, le régime de cascade est atteint (figure II.3c)[15].

Les nodules de matière sont réduits grâce aux modes de broyage par percussion, par impact et par frottement. La zone A sur le schéma de la figure correspond à l'endroit privilégié pour les modes d'impact et de percussion, alors que la zone B est le lieu de broyage par frottement[15].

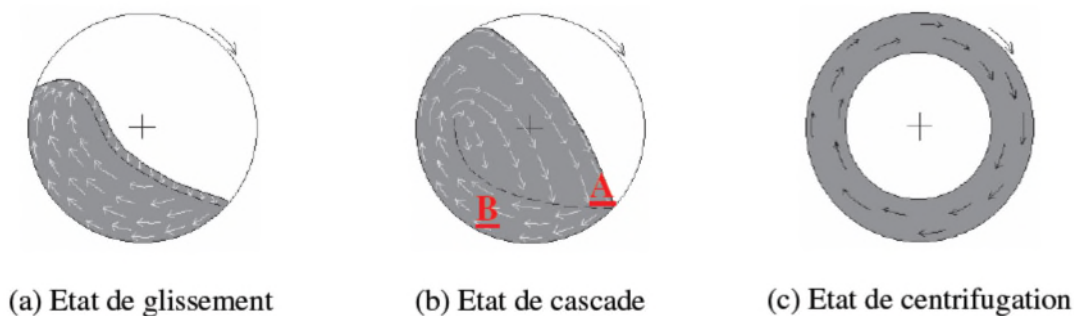


Figure II.3 : Trois régimes différents possibles dans un broyeur à boulets : la vitesse de rotation croît de (a) à (c)[15].

Il existe une vitesse dite critique, à partir de laquelle l'état de centrifugation se produit :

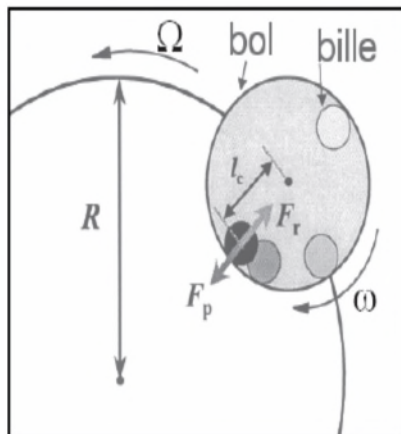
$$\Omega_c = \frac{32}{\sqrt{D_i}}$$

Avec : Ω_c : vitesse de rotation du broyeur (tr/min)

D_i : diamètre intérieur du broyeur (m).

A l'instar du broyeur à boulets dont la vitesse de rotation prend une valeur critique définie précédemment, il existe une valeur critique pour ω/Ω qui peut être estimée grâce à une

équation qui est déterminée au moment où les deux forces centrifuges opposées, dues à la rotation du plateau et à la rotation du bol, s'annulent (figure II.3) :



$$r_c = \pm \sqrt{\frac{R}{l_c} - 1}$$

r_c : rapport ω/Ω critique

R : rayon du plateau (mm)

$$l_c = \frac{d_M}{2} - \frac{d_B}{2} \text{ (mm)}$$

d_M : diamètre du bol (mm)

d_B : diamètre d'une bille (mm)

F_r : Force centrifuge due à la rotation du plateau

F_p : force centrifuge due à la rotation du bol

Figure II.4: schéma représentant les deux forces centrifuges F_r et F_p appliquées à une bille dans un broyeur planétaire[15].

- Les broyeurs à barres, utilisés principalement en circuit ouvert et fonctionnant en voie sèche, humide ou semi-humide ;
- Les broyeurs à galets, qui s'apparentent à la fois à des broyeurs à boulets et à des broyeurs semi-autogènes ;
- Les broyeurs autogènes : Ces broyeurs utilisent comme corps broyant le minerai lui-même. Ils fonctionnent à sec ou en humide et possèdent deux avantages principaux : moins consommateurs d'acier que les procédés classiques, réduction du nombre d'étages de concassage et de broyage.

Cependant, il convient d'indiquer que ces broyeurs nécessitent un minerai doté de certaines caractéristiques : niveau acceptable de compétence (aptitude à agir comme corps broyant), granulométrie adéquate (20 à 25% de particules de 150 à 200 mm).

- Les broyeurs semi-autogènes, qui sont en fait des broyeurs autogènes auxquelles on ajoute une charge réduite de boulets de grande dimension (2 à 10% du volume de corps broyants) afin d'assister le broyage ;
- Les tubes vibrants.
- ❖ Les broyeurs sans corps broyants libres : Ces broyeurs sont tous conçus pour fonctionner à sec. Les principaux broyeurs sans corps broyants libres sont :
 - Les broyeurs à cylindres, encore appelés presses à rouleaux ;
 - Les broyeurs à percussion, qui sont issus des concasseurs à percussion ;

- Les broyeurs à meules ou à rouleaux, qui opèrent par écrasement de la matière entre un ou plusieurs rouleaux et une piste circulaire.

Pour l'ensemble de ces appareils, les évolutions technologiques majeures concernent aujourd'hui les corps (aciers en Mn → aciers en Cr-Mo) et les revêtements céramiques (broyage fin où la contamination par le fer est gênante).

De nouveaux appareils, comme par exemple le broyeur centrifuge haute intensité (broyeur vertical de forme tronconique), sont actuellement en cours de conception.

Concernant la fragmentation ultrafine, on se contentera de citer les principaux appareils. Ce sont :

- ❖ Les broyeurs à rotor et stator : Parmi eux, on distingue les broyeurs à meules de corindon, les broyeurs à agitateur, les broyeurs à impact.
- ❖ Les broyeurs à corps broyant libres, qui se décomposent en :
 - Broyeurs vibrants : Ils sont constitués d'une chambre de broyage verticale, cylindrique ou annulaire, à laquelle on impose une vibration de type tridimensionnel et haute fréquence.

Sous l'effet conjugué de la vibration haute fréquence et de forces d'impact peu importantes, ces broyeurs privilégient la fragmentation des plus grosses particules et fournissent des distributions granulométriques assez étroites.

Les broyeurs vibrants travaillent en discontinu.

- Broyeurs à billes : Ces broyeurs s'apparentent aux broyeurs classiques à boulets et sont constitués par des cuves cylindriques à axe horizontal et revêtement spécial. Ils travaillent en discontinu, à sec ou en milieu humide.
- Broyeurs à billes, à circulation forcée : Il s'agit de broyeurs verticaux pourvus d'un milieu broyant et pouvant traiter, selon les volumes de la chambre de broyage, quelques kilogrammes à quelques tonnes par heure.

Parmi ceux-ci, on distingue les types suivants : annulaire, à rotor pourvu de pales, à rotor pourvu de barreaux.

- Les broyeurs à billes, à cuve et rotor coniques : Ils utilisent pour chambre de broyage une cuve conique dans laquelle plonge un rotor également conique.

- ❖ Les broyeurs à jets d'air (broyage pneumatique) : Dans ces appareils, le broyage résulte d'une action particulière d'éclatement ou d'impact. Il est autogène puisqu'il n'y a pas intervention de corps broyant. Son principe consiste à accélérer des particules solides en les injectant par des buses, le but étant de concentrer une grande quantité d'énergie dans le petit volume représenté par la chambre de broyage[13].

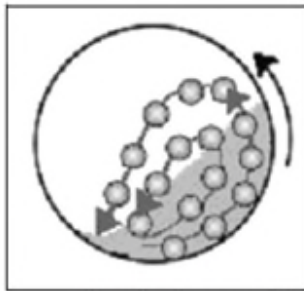
On en recense deux types : les broyeurs à jets d'air en spirale, les broyeurs à jets d'air (opposés ou alternés) à lits fluidisés.

Concernant les évolutions technologiques, on observe le développement de la presse à rouleaux qui utilise une force de compression et l'action mutuelle autobroyante des grains. Pour cette technologie, il y a intérêt majeur pour la consommation énergétique qui comparativement à celle nécessaire pour un broyeur à boulets sera divisée par deux.

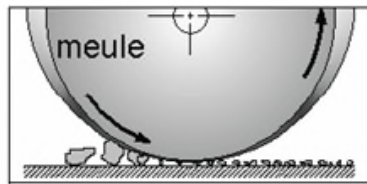
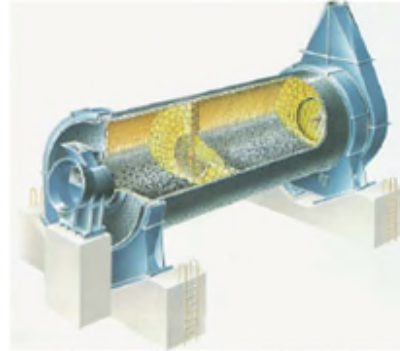
Tableau II.2 : Caractéristiques des appareils de broyage fin et ultrafin[13].

Appareils	Granulométrie ⁽¹⁾ (en µm)		Capacité maximale (t/h)	Puissance installée (kW)
	Entrée	Sortie		
Broyeurs à barres.....	40 000	300	300	5 à 1 500
Broyeurs à boulets.....	25 000	100	300	5 à 3 000
Tubes broyeurs.....	25 000	40	400	5 à 8 200
Broyeurs à galets.....	10 000	100	350	5 à 1 800
Broyeurs semi-autogènes.....	150 000	100	350	15 à 6 000
Broyeurs autogènes.....	300 000	200	350	15 à 9 600
Tubes vibrants.....	5 000	74	4	3,5 à 70
Broyeurs à cylindres.....	5 000	500	250	2 à 300
Presses à rouleaux.....	5 000	40	700	220 à 1 800
Broyeurs à percussion.....	20 000	200	800	6 à 600
Broyeurs verticaux à meules ou à billes.....	25 000	100	60	90 à 900
Broyeurs pendulaires.....	20 000	60	120	7,5 à 700
Broyeurs à meules de corindon.....	500	20	0,45	0,75 à 75
Broyeurs à agitateur.....	300	1	2	2,5 à 200
Broyeurs à impact (ou à broches).....	100	20	2	5,5 à 315
Broyeurs vibrants.....	250	3	2 000 L ⁽²⁾	0,2 à 35
Broyeurs à billes, à circulation forcée.....	100	5	4	1 à 700
Broyeurs à billes à cuve et rotor coniques.....	100	10	2	2,2 à 225
Broyeurs à jets d'air.....	1 000	10	3	1 à 500

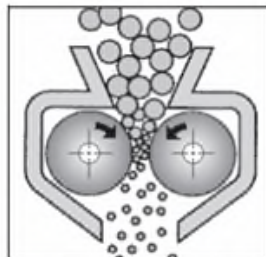
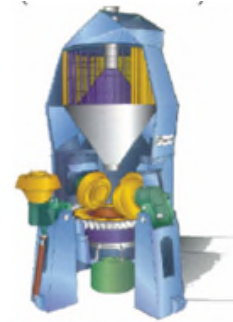
(1) Les valeurs indiquées sont des ordres de grandeur. Elles varient très largement en fonction des dimensions d'admission, de la nature des produits, du temps de séjour dans l'appareil, etc.
(2) Fonctionnement en discontinu.



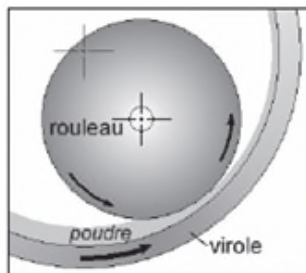
(a) tube-broyeur à boulets à deux compartiments (source : Sté Fuller)



(b) broyeur vertical à galets (source : Sté Fuller)

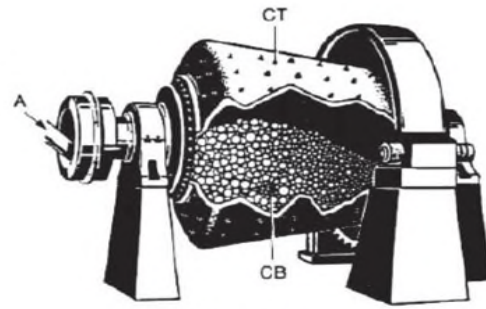


(c) broyeur haute pression à rouleaux, « high pressure grinding rolls » (source : Sté FL Smidth)



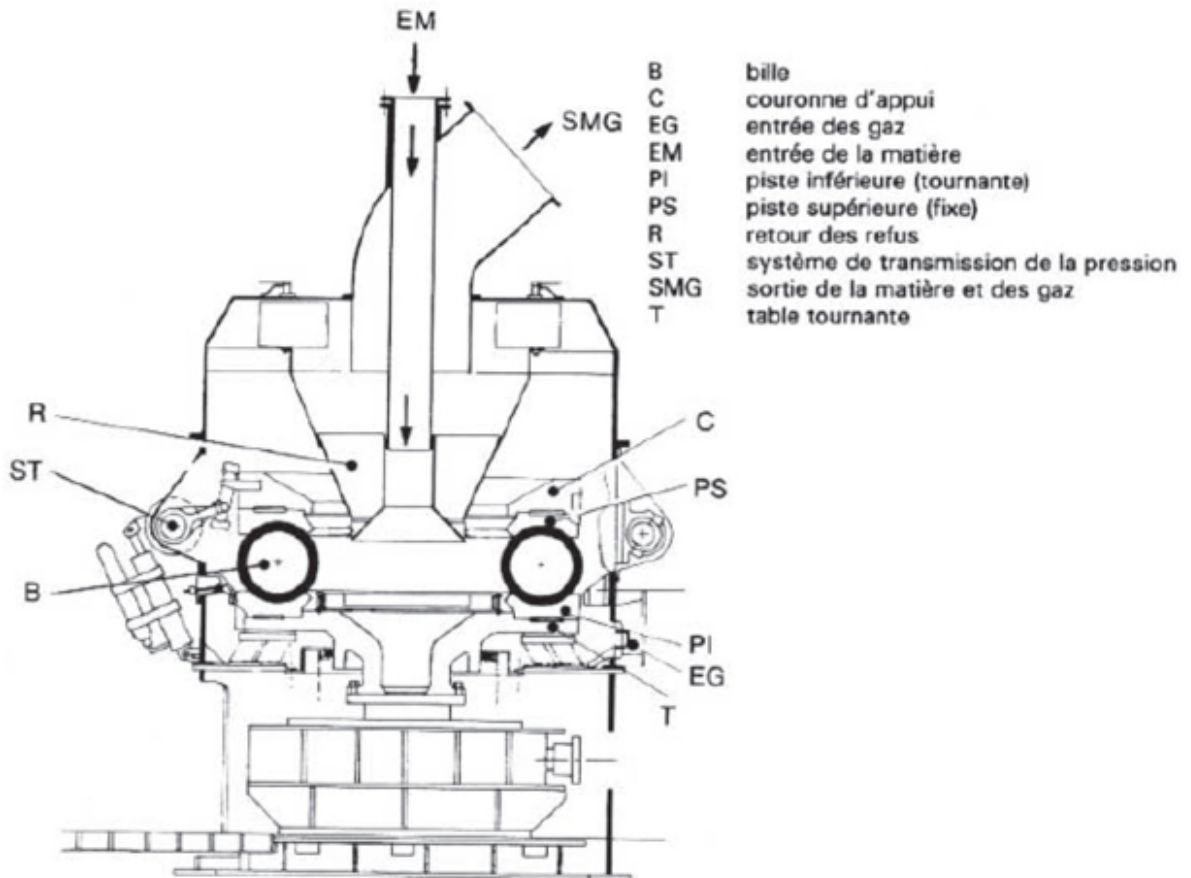
(d) broyeur horizontal à rouleau (Horomill ; source : Sté FCB)





- A alimentation
- CB corps broyants : boulets
- CT cylindre tronconique

Broyeur à boulets Hardinge



Broyeur vertical à billes et piste rotative



Figure 3.3 – Photographie (à gauche) et représentation schématique (à droite) du broyeur à billes planétaire

Figure II.5: Type de broyeurs [13].

II.4.3. Variable d'opération -Calcul de Broyeurs à corps broyant libres

Ces appareils sont constitués par des récipients cylindriques tournants autour d'un axe disposé horizontalement. La matière à broyée est mélangée avec des corps broyant qui sont les plus souvent des "boulets sphériques", ces boulets entraînés par rotation des cylindres roulent et retomber les uns sur les autres et par conséquent la matière à broyer est soumise à des actions de compression répétées, de fragmentation et de choc. La durée de séjour de la matière dans le broyeur détermine la finesse à obtenir.

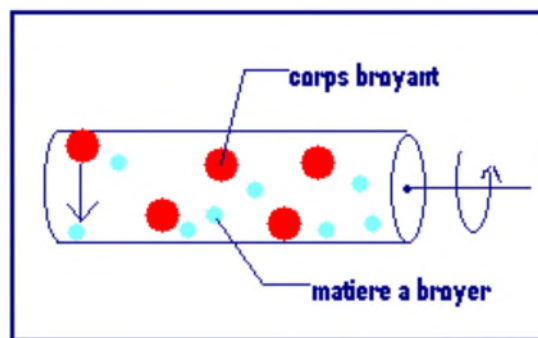


Figure II.6 : les corps broyant.

Les données expérimentales ont permis de déterminer des constantes optimales de fonctionnement de ces broyeurs :

II.4.3.1. Puissance consommée

peut être déterminée avec une approximation suffisante par la formule :

$$P = K. M. \sqrt{D}$$

P: puissance effective à l'arbre du broyeur (kW).

M: masse de la charge (tonne).

D: diamètre intérieur utile de broyeur.

K: coefficient variable selon le coefficient de remplissage de broyeur et ce dans la densité moyenne de la charge.

Tableau II.3. : Les coefficients de remplissage du corps broyeur[13].

Corps broyeur	Densité moyenne charge (t /m ³)	Coefficient de remplissage				
		0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Galets silex	1.6	9.8	9.0	8.1	7.0	5.75
Gros boulets	4.5	8.75	8.1	7.3	6.25	5.15
Bâtonnets	4.6	8.5	7.0	7.0	6.05	5.0
Barres	5.2	7.7	6.4	6.4	5.5	4.55

II.4.3.2. La vitesse de rotation

La vitesse de rotation du broyeur est exprimée comme un pourcentage de la vitesse critique (V_c), définie comme la vitesse de rotation à laquelle la charge se retrouve collée à la surface du blindage. Les broyeurs à boulets sont opérés à une vitesse aussi élevée que possible mais en évitant la centrifugation des corps broyants, c'est-à-dire autour de 70-80% de la vitesse critique. La vitesse critique peut-être exprimée par les relations suivantes :

$$V_c(rpm) = 76,6/\sqrt{D-d} \quad (D, d \text{ en pi})$$

$$= 42,3/\sqrt{D-d} \quad (D, d \text{ en m})$$

Où D : le diamètre interne du broyeur

d : le diamètre maximal des boulets (Austin et al., 1984).

- Lorsque la vitesse de rotation est relativement faible :
 - l'action de culbutage des boulets est relativement douce ;
 - le mouvement des corps broyant est en cascade et il conduit à un broyage fin qui augmente la production de schlammes et l'usure du blindage.
- Lorsque la vitesse de rotation est élevée,
 - le mouvement des corps broyants est en cataracte
 - il conduit à la comminution par impact qui donne un produit final plus grossier, avec une usure réduite du blindage (Wills, 2006).

La vitesse à laquelle un broyeur tourne est importante parce qu'elle gouverne la granulométrie du produit et la quantité d'usure du blindage de la coquille.

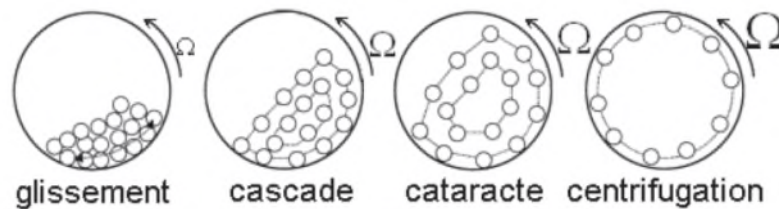


Figure II.7 : la vitesse de rotation de la particule[16].

II.4.3.3. La charge de boulets- fraction volumique de boulets (J):

La charge de boulets est l'ensemble de boulets contenu dans le broyeur. Le volume de la charge (boulets et pulpe) représente environ 40 à 50% du volume interne du broyeur (Wills, 2006).

La puissance exigée par le moteur du broyeur est habituellement utilisée pour mesurer la charge de boulets. On charge régulièrement les broyeurs avec de nouveaux corps broyant à une puissance cible qui devrait être augmentée quand l'usure du blindage de la coquille (en quelques semaines) et des extrémités du broyeur (de six à douze mois) augmente (Austin et al., 1984). Il est possible d'arrêter le broyeur et de mesurer la hauteur comprise entre l'ensemble des boulets (lit de boulets) et le sommet du broyeur. Cela permet d'estimer la **fraction volumique de boulets, J**, en utilisant les courbes de la figure suivante[16].

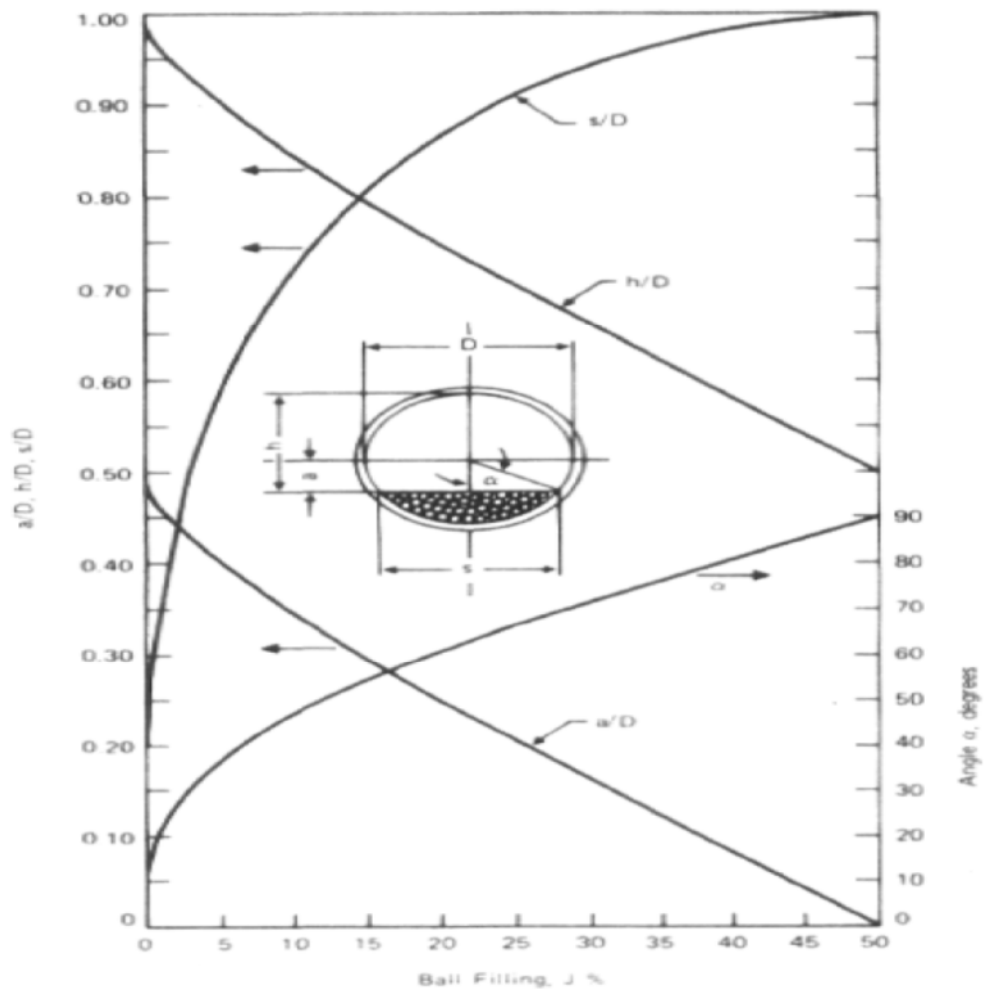


Figure II.8 :Géométrie du remplissage de la charge de boulets (Austin et al. 1984)[16].

S : Longueur de la corde (m)

D : Diamètre interne du broyeur (m)

h : Hauteur au-dessus de la charge (m)

a : Profondeur entre le centre du broyeur et le dessus de la charge (m)

α : Angle sous-tendu de la moitié de la corde au centre du broyeur ($^{\circ}$)

Le remplissage fractionnaire des boulets J (en abscisse, dans la figureII.8) est conventionnellement exprimé comme la fraction du volume du broyeur occupé par les boulets lorsque le broyeur est au repos. Pour convertir le lit volumique en lit massique de boulets, il est nécessaire de connaître la densité apparente du lit de boulets. La porosité du lit varie

faiblement avec la dimension des boulets, le remplissage de minerai, etc. Pour les calculs, on considère un lit de porosité formelle constante de ($\zeta=0,4$) (Austin et al., 1984). Dans ce cas :

$$J = \left[\frac{\text{massedeboulets} / \text{densitédeboulets}}{\text{volumedebroyeur}} \right] \frac{1}{1 - \varepsilon}$$

II.4.3.4. La charge de minerai (f_c) :

La charge de minerai est la matière à broyer. Le volume formel (effectif) apparent de minerai, U , permet de relier la charge de minerai f_c à la charge de boulets J , par la porosité formelle du lit de boulets ($\zeta=0,4$) :

$$U = \frac{f_c}{0,4.J}$$

Par analogie, le remplissage du broyeur par le minerai s'exprime comme une fraction du volume du broyeur rempli par le lit de minerai, f_c . En utilisant donc une porosité formelle de 0,4 :

$$f_c = \left[\frac{\text{massedelapoudre} / \text{densitédelapoudre}}{\text{volumedebroyeur}} \right] \frac{1}{1 - \varepsilon}$$

Selon Austin et al. (1984), le broyage est efficace pour des valeurs de U se situant entre 0,6 et 1,1.

La figure II.9 montre la variation du taux de broyage en fonction de J , le remplissage fractionnaire, et de f_c , la fraction de volume du broyeur rempli par le minerai, pour le broyage humide du quartz.

La forme générale de la courbe du taux de broyage en fonction du remplissage par le minerai, pour une charge de boulets, s'explique comme suit :

- Un faible remplissage par le minerai donne manifestement un faible taux de broyage.
- Quand la quantité de minerai augmente, les espaces situés entre les boulets se remplissent de pulpe et des taux élevés de collisions sont obtenus.
- Quand les espaces effectifs (dans lesquels les collisions entre les boulets en culbute ont lieu) sont remplis de minerai, les taux de broyage atteignent un maximum.

- Une addition supplémentaire de minerai augmente la formation de bouchons mais ne procure pas d'augmentation de broyage parce que les zones de collision sont déjà saturées et parce que le minerai supplémentaire va s'y accumuler.

- Un plateau de la courbe des taux de broyage est presque toujours obtenu (figure 3). Le lit de boulets - minerai s'agrandit pour favoriser de petites collisions lors des captures boulet - minerai - boulet, et les taux de broyage diminuent.

=> La granulométrie d'alimentation est habituellement décrite par le F_{80} qui est la dimension des ouvertures de tamis laissant passer 80% du matériel. Pour les broyeurs primaires à boulets (traitant les produits du concasseur), la charge en particules grossières constitue une limite de performance importante.

=>À volume constant de broyeur, une augmentation du diamètre augmente le nombre de couches de boulets et limite l'efficacité de transmission des barres relevées vers l'intérieur du noyau de la charge (Napier-Munn et al., 1996). L'augmentation du diamètre aggrave l'usure et les dommages du blindage causés par l'impact des boulets. Le diamètre du broyeur détermine l'énergie des impacts par les corps broyants sur les particules de minerai. En général, plus grande est la dimension des particules d'alimentation, plus grand doit être le diamètre du broyeur (Wills, 2006) [15].

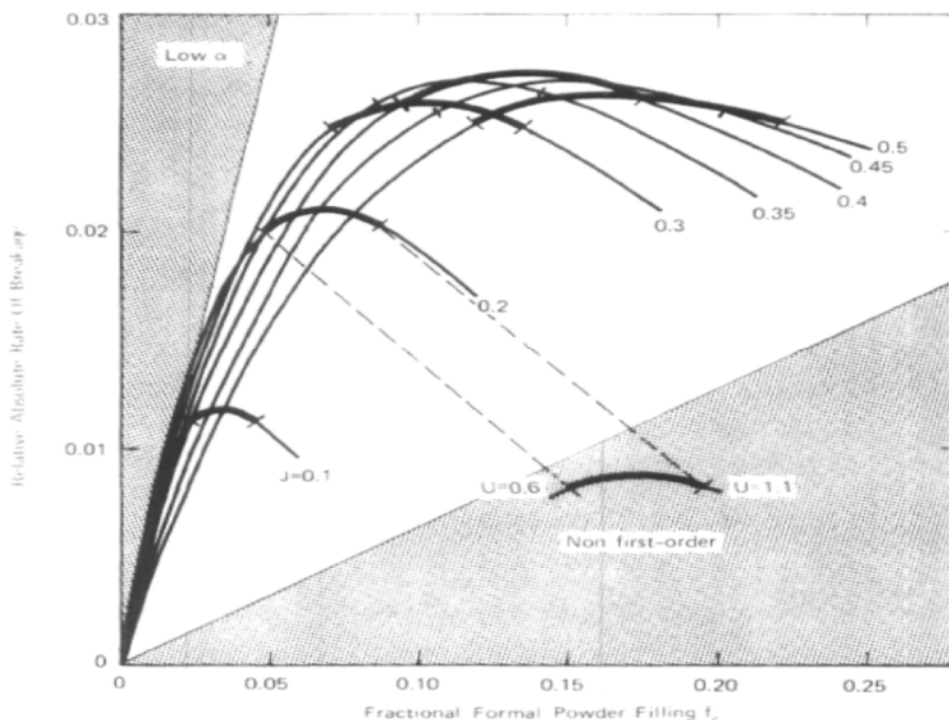


Figure II.9: Variation du taux de broyage en milieu humide[16].

II.4.3.5. Viscosité de la charge

La viscosité de la pulpe est une fonction complexe de la taille de particules, de leur charge électrostatique de surface et de la concentration en solides de la pulpe. Elle se définit comme la résistance à l'écoulement, sous la forme du rapport de la contrainte de cisaillement sur le taux de cisaillement.

II.4.3.6. La forme des boulets

La forme des boulets influence la cinétique de broyage. Les boulets peuvent être en forme de cube, d'octaèdre, de cylindre, de disque, d'ellipsoïde, de sphère, ou de sphère concave. Les boulets sphériques conduisent aux meilleurs rendements de broyage, s'usent irrégulièrement et deviennent concaves.

II.5. Effet de la dimension des boulets sur le broyage

Le choix de la dimension des boulets dépend fortement de la distribution granulométrique du minerai alimenté, de la dimension désirée du produit, et des coûts de l'énergie et de l'acier. La règle développée par AllisChalmers pour la sélection des boulets les plus gros d'une charge initiale est donnée par (Rowland et Kjos, 1978) :

$$b = \left[\frac{F_{80}^3}{K} \sqrt{\frac{WI \cdot Sg}{fC_s \cdot \sqrt{3,281 \cdot D}}} \right] \cdot 25,4$$

ou, b : Diamètre des boulets (mm)

F_{80} : Dimension pour laquelle 80% de l'alimentation passent les ouvertures d'un tamis (μm)

WI : *Work Index* de l'alimentation du broyeur à boulets (kWh/tc)

Sg : Densité du minerai alimenté (t/m^3)

fC_s : Fraction de la vitesse critique

D : Diamètre intérieur du blindage du broyeur (m)

K : varie de 335 à 380 selon que le broyage soit à sec ou humide.

L'équation précédente est utilisée pour la conception. Une autre corrélation a été proposée par Dunn (1989) :

$$b = \frac{6,3f_c^{0,29} WI^{0,4}}{(ND)^{0,25}}$$

où, N : Vitesse du broyeur en rpm (rotation par minute), les autres termes et unités correspondent à ceux de l'équation d'AllisChalmers.

-Le broyage primaire utilise habituellement une charge de boulets dimensionnés de 5 à 10 cm de diamètre,

- le broyage secondaire / tertiaire requiert des boulets de 2 à 5 cm.

De cette manière, à chaque étape du procédé, la dimension des boulets est associée à la dimension des particules. En règle générale, plus l'alimentation est fine, plus petite devrait être la taille des boulets[16].

Certains opérateurs utilisent un mélange de boulets de tailles variées pour répondre aux objectifs de réduction simultanée de particules grossières et fines dans un seul broyeur mais cette pratique ne semble pas être répandue dans l'industrie.

II.6. Effet de la concentration en solides de la pulpe sur le broyage

La concentration en solides de la pulpe est habituellement exprimée sur une base pondérale, soit :

$$s_p = \frac{\text{massedesolide}}{\text{massedepulpe}}$$

La concentration de solides en poids utilisée dans les broyeurs industriels varie entre 50 et 80%. Cependant, puisque la concentration massique ne dépend pas de la masse volumique de solides, il devient difficile de comparer des broyeurs opérant sur des minerais de densité variable. La concentration en solides en volume s_v ne dépend pas de la masse en solides et est donnée par :

$$s_v = \frac{s_p / \rho_s}{s_p / \rho_s + 1 - s_p}$$

Où s_p est la concentration massique en solides de la pulpe et ρ_s la masse volumique de solides. Les concentrations volumiques de solides rencontrées dans les broyeurs industriels varient entre 40 et 45% selon le type de minerai.

La concentration en solides de la pulpe a un effet dominant sur les propriétés rhéologiques de celle-ci. Lorsque la concentration en solides augmente [17]. Les propriétés rhéologiques de la pulpe agissent de trois façons sur l'opération d'un broyeur à boulets :

=> sur le transport de la pulpe de l'alimentation à la décharge. Une pulpe dense, et par conséquent visqueuse, s'écoulera plus difficilement à travers le broyeur et sera favorable à une rétention plus longue dans celui-ci qu'une pulpe fluide. La masse de pulpe retenue dans le broyeur devrait augmenter avec la concentration en solides[17];

=> sur le mouvement de la charge de boulets. Une pulpe visqueuse va favoriser le collage de solides sur les boulets et du mélange pulpe - boulets sur les parois du broyeur, favorisant alors une centrifugation de la charge et une baisse de la puissance tirée par le moteur du broyeur ;

=> sur le recouvrement des boulets par la pulpe. Une densité de pulpe trop élevée limite la force de broyage[16].

II.7. conclusion

Dans ce chapitre nous avons exposé la loi de Rittinger et la loi de Kick et de Bond qui sont les trois lois energetiques qui décrivent l'énergie consommée par le matériau lors de la fragmentation , et aussi le concassage et le broyage qui sont les deux modes de fragmentation.

Chapitre III

CHAPITRE III

METHODES ET MATERIEL

III.1 Introduction

Dans ce chapitre, on présente les différentes méthodes et matériels utilisées pour l'optimisation des paramètres de broyage en voie sèche sur un minerai de phosphate noir de gisement de Kef essennoun de la mine de Djebel Onk. Cette étude est inscrite suite à des travaux antérieurs qui ont été réalisés au laboratoire de Technologie des Matériaux et de Génie des procédés (LTMGP) actuellement le laboratoire des Mines et Géologie. Ces études ont montré que le traitement mécanique est une étape et opération primordiale pour la valorisation des matériaux et donc la libération des éléments utiles constituant un minerai (en exo gangue et /ou endogangue). Cette opération est forcément influencée par des paramètres susceptibles d'influencer le phénomène de rupture des grains qui sont :

- 1) Vitesse de broyage.
- 2) L'écrasement en fonction du temps (temps de broyage).
- 3) La répartition granulométrique.

Suite à cela nous avons réalisé des opérations broyage –tamisage successivement en variant quelques paramètres toutes en fixant d'autres à savoir :

- Le temps de broyage (5, 10, 15, et 20 min).
- Vitesse de broyeur (600, 700, 800, 900, et 1000 tr /min).

Le protocole expérimental suivi est schématisé sur la figure ci-dessous :

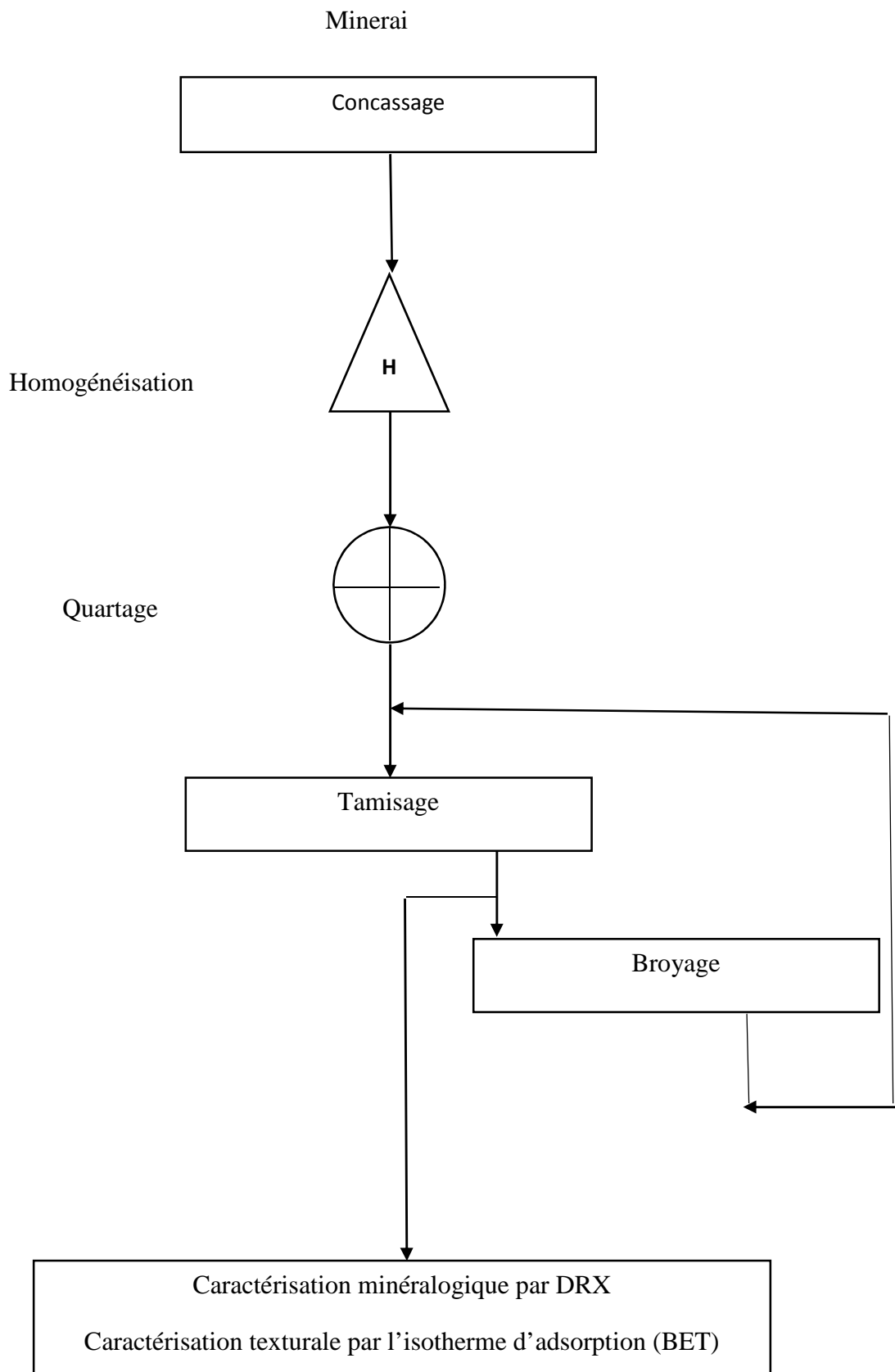


Figure III.10: Schéma de protocole expérimental de broyage par voie sèche

Pour réaliser cette étude, le matériel ci- dessous a été utilisé :

- Concasseur à mâchoire de marque FRITSCH.
- Broyeur à disque.
- Tamiseuse électrique.
- Balance électrique.

III.2 Traitement et préparation de la matière première

Les échantillons de minerai de phosphate vont subir au préalable un traitement mécanique par concassage, broyage et tamisage avant leur caractérisations granulométrique, minéralogique et texturales.

III.2.1 Préparations mécaniques

III.2.1.1. Concassage

Le concassage est un traitement mécanique qui sert à réduire le diamètre des grains de la matière première à un diamètre inférieure, grâce à un concasseur à mâchoire de type FRITSCH(01.302). La matière première est sous forme de pierre de diamètre supérieur à 10 cm. A l'aide du concassage, le diamètre des grains subit une réduction à un diamètre d'ordre de 4 mm.

Tableau III .4 : Caractéristiques du concasseur à mâchoire.

Série	1097
Voltage	220 V
Fréquence	50/60 Hz
Puissance	75 KW
Intensité	7,3 A



Figure III.11 : Concasseur à mâchoire

III.2.1.2. Homogénéisation

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

III.2.1.3. Quartage

Le quartage est une opération indispensable pour une meilleure représentativité de l'échantillon. Avant cette opération, il est nécessaire de procéder à une homogénéisation du minerai, par transformation petit à petit en une galette circulaire, puis on la partage en quatre quarts égaux, dont on prélève deux quarts opposés. Les deux quarts seront ainsi gardés comme témoins. La même procédure est suivie jusqu'au quartage finale.

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

$$Q_i \geq k \cdot d^2 \quad (1)$$

$$m < Q_i / K \cdot d^2 \quad (2)$$

$$m = 2^n n = \ln(m) / \ln(2) \quad (3)$$

- Q_i : masse de l'échantillon vérifiant la loi de Richards en (Kg) ;
- D : diamètre du plus gros grain qui est égale 4mm ;
- K : coefficient de répartition de la minéralisation qui est égale à 0,1 ;
- n : le nombre de quartages ;
- m : masse après le quartage qui est égale à 100 g.

La représentativité de l'échantillon est déterminée par la loi de RICHARDS :

$$Q_i = P \text{ et } Kd^2 = p'$$

$Q_i \geq kd^2$ $P \geq P'$ la loi de RICHARDS est vérifiée donc l'échantillon est représentatif.

La figure III.1 jointe en annexe représente le traitement de l'échantillon d'une masse initiale 2228 g et de diamètre de 4mm de phosphate noir de Kef Es Sennoun, de la mine de Djebel Onk.



Figure III.12 : Quartage manuelle

III.2.1.4. Broyage

On effectue un broyage en voie sèche dont le but est de réduire les diamètres des grains de la matière première afin de favoriser la représentativité lors de l'analyse chimique. Il a été réalisé par un broyeur à disque.

Le broyeur à disques et anneaux oscillants FRITSCH PULVERISETTE 9 est l'équipement incontournable dans toutes les applications où la rapidité de traitement de matières dures, cassantes ou fibreuses est un impératif[18].

C'est le premier broyeur au monde de ce type équipé d'un convertisseur de fréquence développé par FRITSCH. Avantage : pas de perte de produits, traitement en moitié moins de temps[18].

III.2.1.4.Principe de fonctionnement

Dans les broyeurs du type à disques et anneaux oscillants, le broyage se fait par les mouvements circulaires à l'horizontale de l'organe de broyage sur un disque oscillant ; les anneaux et le palet pulvérisent l'échantillon sous des effets intenses de choc, d'écrasement et de friction. Le transfert des efforts mécaniques sur l'échantillon dans ce type de dispositif ne dépend pas uniquement de la puissance du moteur. FRISCH a donc développé pour le broyeur PULVERISETTE 9 une motorisation spéciale adaptée avec convertisseur de fréquence. Ce dispositif adapte la vitesse de rotation du moteur au niveau de charge du disque oscillant pour assurer un processus de broyage efficace. On peut aussi opérer avec des vitesses de rotation fixes entre 600 et 1100 tr/min. Naturellement les paramètres du traitement une fois fixés sont absolument reproductibles[18].

Tableau III.5 : Caractéristiques de broyeur à disques utilisé [18]

Principe	Par impact
Paliers cylindriques	Roulements à billes et à rouleaux
Equipement	Appareil sans organe de broyage
Applications préférentielles	Echantillons cassants, mi-durs ou durs
Taille max des morceaux au départ	12mm
Quantité (volume) min d'échantillon	10 – 20 ml
Quantité (volume) max d'échantillon	250 ml
Granulométrie finale	10 – 20 μ m
Conditionnement des produits à traiter	Par lots
Garnitures de broyage	Cuve avec anneaux oscillants
Vitesse de rotation du moteur optimisée	1100tr/min, 1300tr/min à vitesse de rotation optimisée

Processus de broyage

Voie sèche / voie humide

Volume utile

50, 100 ou 250 ml



Figure III.13: Broyeur à disques et anneaux oscillants[18].



Figure III.14 : Les corps (disques) broyant[16].

III.2.2. Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique sert à déterminer la distribution des particules constituant l'échantillon de phosphate suivant leur dimension, le tamisage l'une des méthodes d'analyse qui est utilisée, le principe consiste à prendre l'échantillon sec et le verser dans une colonne de tamis classés par ordre décroissant des ouvertures de : 4 ; 2 ; 1,4 ; 0,71 ; 0,50 ; 0,355 ; 0,250 ; 0,180 ; 0,125 mm en suite on effectue le tamisage pendant 30 min sur une tamiseuse électrique (voir Figure III.13) de marque FRITSCH avec des caractéristiques bien définie (voir le Tableau III.6), et on pèse les refus sur les tamis à l'aide d'une balance électronique (voir Figure III.14) qui nous permettra tracer la courbe granulométrique.

III.2.2.1 Définition

- Granulométrie : Détermination des dimensions des grains.
- Refus sur un tamis : Minerai qui est retenu sur le tamis.
- Granularité : Distribution dimensionnelle des grains d'un minerai.
- Tamisât (ou passant) : Minerai qui passe à travers les mailles d'un tamis.
- Tamis : Les toiles métalliques dans les tamis de contrôle sont désignées selon la dimension de l'ouverture de maille carrée.

Tableau III.6 : Caractéristiques de la tamiseuse électrique

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



Figure III.15 : Tamiseuse électrique



Figure III.16 : Balance électrique

III.2.3. Etude de la variation des paramètres de broyage sur les caractéristiques minéralogiques du minerai de phosphate noir de la mine de Djebel Onk

III.2.3.1 Paramètres de broyage

L'influence des paramètres de broyage en voie sèche à savoir la vitesse de broyage, le temps de broyage sur l'efficacité de fragmentation a été étudié expérimentalement on utilisant un broyeur à disque vibrants type "pulvérisette 9" de laboratoire Technologie des Matériaux. Les différentes caractéristiques granulaires (diamètres et coefficients granulométriques) et la composition minéralogiques a été déterminé pour chaque variable utilisée et les énergies consommées ainsi que les coefficients énergétiques et la broyabilité (grindabilité) ont été calculé et évalué en détail.

Enfin les conditions optimum pour le broyage de type de minerai étudié dans un broyeur à disque ont été obtenues.

III.2.3.1.1. Influence du temps de broyage :

Dans l'objectif d'étudier l'influence du temps de broyage, des essais de broyage ont été réalisés à une vitesse constante de broyage (V) avec une série d'échantillons de masse de 100 g pendant des durées (t) de 5, 10, 15 et 20min.

III.2.3.1.2. Influence de la vitesse de broyage :

Dans l'objectif de déterminer l'influence de la vitesse de broyage sur l'efficacité de la fragmentation réalisé sur le minerai de phosphate noir, des essais de broyage ont été réalisés on pendant un temps (t) à différents vitesses de broyeur (V) de 600 tr/min, 700 tr/min, 800 tr/min, 900 tr/min et 1000tr/min.

En effet, les échantillons destinés au broyage dans les différents conditions du temps (t) et de vitesse (V) sont noté (E_{ij}) avec :

i : le numéro de la variable vitesse (V)

$i=1$ pour la vitesse $V=600\text{tr/mn}$,

$i=2$ pour la vitesse $V=700\text{tr/mn}$,

$i=3$ pour la vitesse $V=800\text{tr/mn}$,

$i=4$ pour la vitesse $V=900\text{tr/mn}$,

$i=5$ pour la vitesse $V=1000\text{tr/mn}$.

j : le numéro de la variable temps (t)

$j= 1$ pour le temps $t= 5$ min,

$j= 2$ pour le temps $t= 10$ min,

$j= 3$ pour le temps $t=15$ min,

$j= 4$ pour le temps $t= 20$ min.

Tableau III.7 : En rassemblent les échantillons dans ce tableau suivante.

Echantillon	Symbole	Vitesse de broyage tr/mn	Temps de broyage mn
1	E ₁₁	600	5
2	E ₁₂	600	10
3	E ₁₃	600	15
4	E ₁₄	600	20
5	E ₂₁	700	5
6	E ₂₂	700	10
7	E ₂₃	700	15
8	E ₂₄	700	20
9	E ₃₁	800	5
10	E ₃₂	800	10
11	E ₃₃	800	15
12	E ₃₄	800	20
13	E ₄₁	900	5
14	E ₄₂	900	10
15	E ₄₃	900	15
16	E ₄₄	900	20
17	E ₅₁	1000	5
18	E ₅₂	1000	10
19	E ₅₃	1000	15
20	E ₅₄	1000	20

III.2.3.2 Détermination des caractéristiques granulométriques

III.2.3.2.1. Diamètres caractéristiques

Les diamètres caractéristiques de la granulométrie de minerai sont définis par différents diamètres des fractions ayant les % en tamisât massique (% cumulatif passant) égale à 80, 60, 50, 30 et 10 symbolisées par d₈₀, d₆₀, d₅₀, d₃₀, d₁₀ (en mm) respectivement. Ces diamètres sont directement déterminés à partir de la courbe granulométrique de chaque échantillon avant et après broyage aux conditions de temps (t) et de vitesse (V) fixés. Ces paramètres sont utilisés pour qualifier la fragmentation.

III.2.3.2.2. Le rapport de réduction

Le rapport de réduction est le rapport entre le diamètre de minerai frais et de minerai broyé donc du diamètre de minerai avant et après broyage. Selon la théorie de fragmentation de Bond le D80 est le diamètre de 80 % passant donc :

$$R_R = D_{80}/d_{80}$$

III.2.3.2.3. Les coefficients caractéristiques

a) Coefficients d'uniformité (coefficient de Hazan) Cu

Le coefficient d'uniformité représente le rapport du diamètre des grains plus grossiers sur celui des grains plus petits d'un minerai donné. Plus le minerai est homogène, plus le coefficient d'uniformité est petit. À l'extrême, si un minerai était constitué de billes identiques, son coefficient d'uniformité serait de 1, ces billes étant toutes de même diamètre.

L'importance des vides entre celles-ci se trouve alors maximisée. À l'inverse, un trop grand étalement de la granulométrie est présent. Dans un tel cas, les plus petits grains se placent entre les grains plus gros pour combler une partie des vides.

Permet de savoir si la granulométrie d'un matériau est étalée ou serrée :

Si $C_u > 2,5$: la granulométrie est étalée et dispersée.

Si $C_u < 2,5$: la granulométrie est serrée.

b) Coefficient de courbure Cc

Le coefficient de courbure vient en complément de coefficient de Hazan et permet de déterminer si la granulométrie est bien graduée ou mal graduée :

$1 < C_c < 3$: la granulométrie bien graduée (continuité bien répartie)

$C_c < 1, C_c > 3$: la granulométrie est mal graduée (continuité mal graduée)

Ils sont généralement définis comme suit : $C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$ et $C_c = \frac{d_{30}^2}{d_{10} \cdot d_{60}}$

III.2.3.2.4. Aire sous la courbe granulométrique

Les distributions granulométriques sont habituellement présentées en portant en graphique par le % de la fraction cumulative passante en fonction de la dimension des particules.

Cependant, la comparaison de plusieurs courbes peut s'avérer difficile en utilisant cette approche. Pour obtenir une évaluation préliminaire de la réduction granulométrique suite à une opération de fragmentation, il est possible de porter en graphique les pourcentages cumulatifs passant d'un produit de broyage (Y) en fonction de ceux de l'alimentation (X). Les résultats sont rassemblés dans le tableau et présenté par la courbe de la figure.

Les résultats montrent que lorsque le minerai n'a pas encore été broyé, la courbe obtenue correspond à la diagonale (Alimentation). Le broyage déplace la courbe de la diagonale. Plus la courbe est déplacée vers la gauche plus l'aire est importante et plus le broyage est efficace.

III.2.3.2.5. Détermination des énergies consommées par fragmentation (W, E)- Grindabilité(Gr) (Ou broyabilité)- coefficient énergétique (η)

La quantité d'énergie dépensée durant le broyage se répartit en divers postes : mise en mouvement des parties mobiles de l'appareillage, transfert de matériau dans la zone de broyage (dispersion et pré mélange), énergie nécessaire à la fragmentation de la matière à broyer. Nous évoquons que la quantité d'énergie réellement utilisée pour rompre les particules est de 1 à 7 % de l'énergie totale dépensée. Une proportion importante de l'énergie est transmise au minerai par effet de frottement des anneaux de broyeur. De nombreux travaux ont été réalisés pour la quantification de l'énergie consommée durant le broyage en fonction des propriétés de produits final (diamètres). La procédure empirique de Bond est souvent utilisée pour l'estimation de l'énergie d'un minerai de taille intermédiaire. Elle s'exprime par :

$$W = 10W_i \left(\sqrt{\frac{1}{D_2}} - \sqrt{\frac{1}{D_1}} \right)$$

Avec : D_1 et D_2 dimensions, en micromètres, des grains respectivement avant et après fragmentation laissant passé 80% de minerai [19].

W_i : Work index de minerai de phosphate ($W_i=11$ kWh/t).

En fonction de la puissance de l'appareil, de temps de broyage et de la masse à broyer, l'énergie consommée est calculée par la relation ci-dessous:

$$E = P.t / M \quad (\text{Wh/kg})$$

Avec P : Puissance de l'appareil en Watt (W), t : temps de broyage en heure (h)

Et M : Masse de matériau broyé (Kg)

Chapitre IV

IV.1 Caractérisation des échantillons avant et après broyage :

IV.1.1 Caractérisation granulaires

IV.1.1.1 Analyses granulométriques

Les résultats d'analyse granulométrique réalisée pendant 30 min avec une amplitude de 2 pour chaque condition opératoire fixée sont illustrés sur les tableaux et figures rassemblés en annexe (2), nous donnerons dans les tableaux IV.22 à IV.27 et les figures IV.15 à IV.19 les % cumulatif passant qui serviront de base pour le calcul des différents caractéristiques granulométriques définies précédemment.

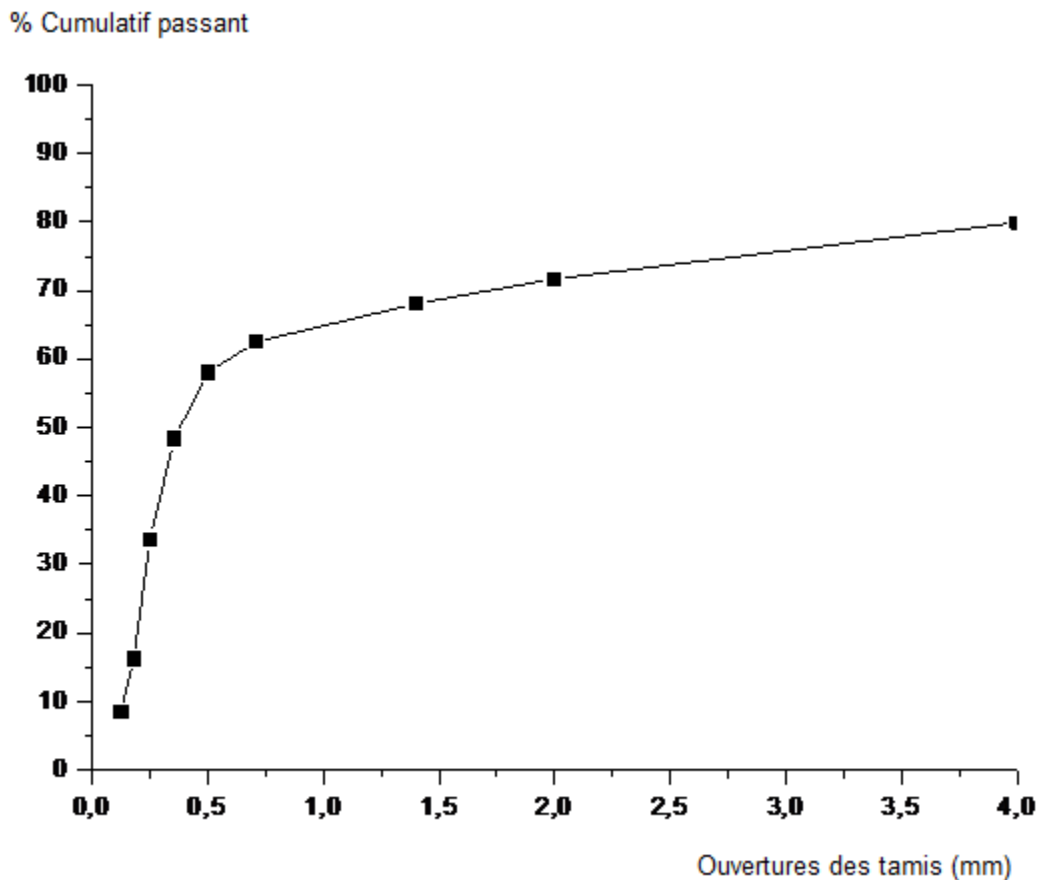


Figure IV.17 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai avant broyage.

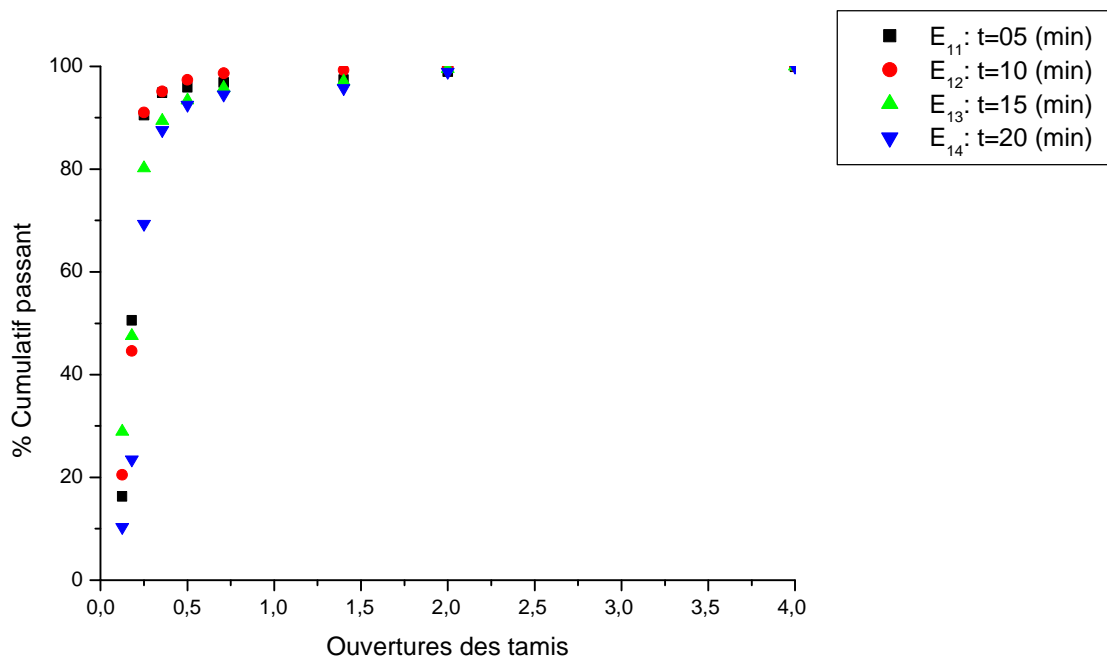


Figure IV.18 : courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage a différents temps de broyage, (**Vitesse de broyage= 600 tr/min**).

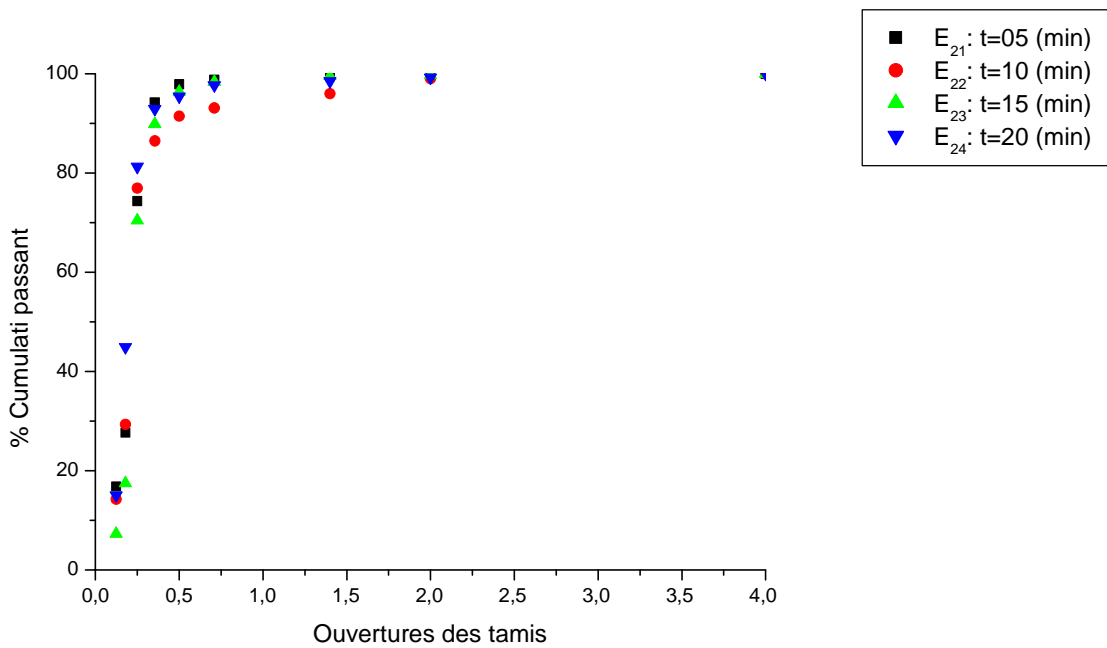


Figure IV.19 : courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage a différents temps de broyage, (**Vitesse de broyage= 700 tr/min**).

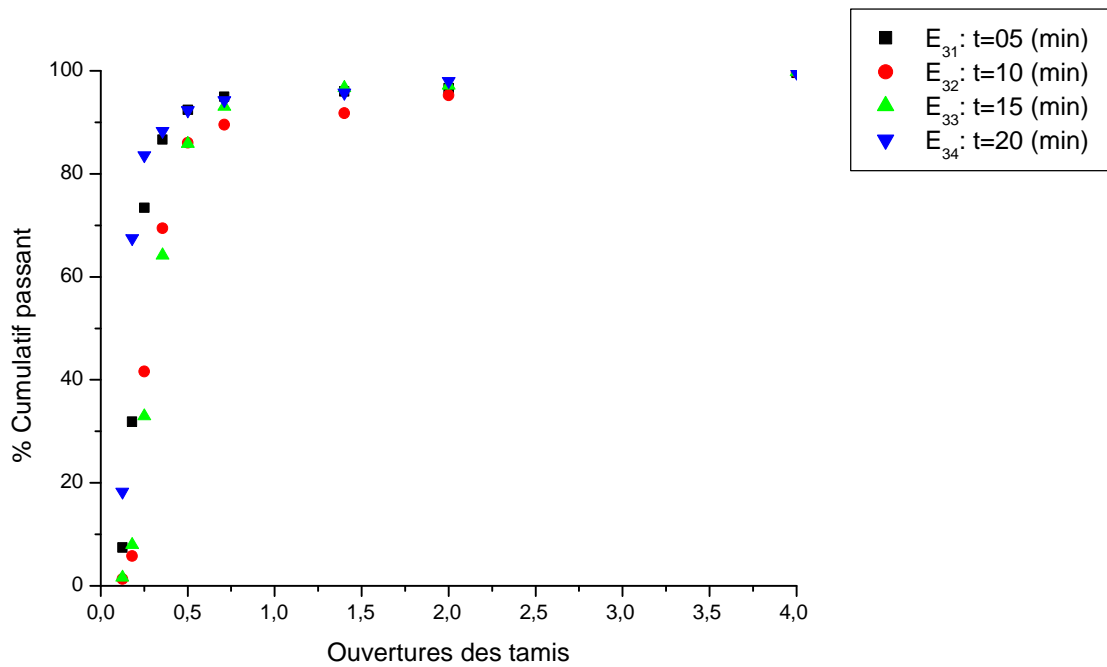


Figure IV.20 : courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage a différents temps de broyage, (**Vitesse de broyage= 800 tr/min**).

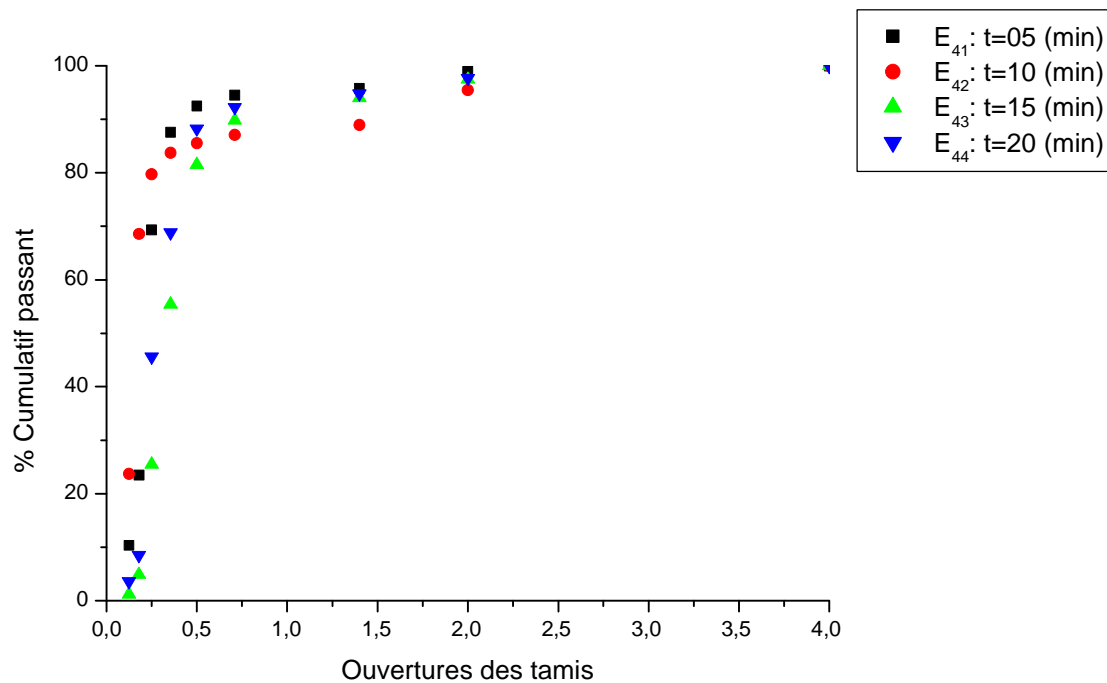


Figure IV.21 : courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage a différents temps de broyage, (**Vitesse de broyage= 900 tr/min**).

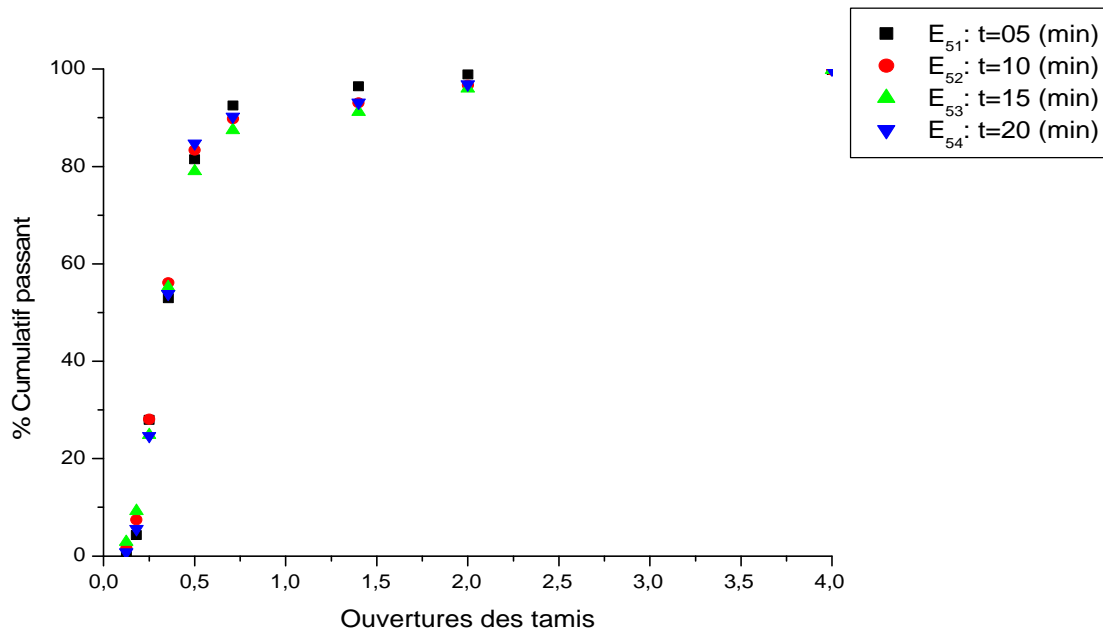


Figure IV.22 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage à différents temps de broyage, (**Vitesse de broyage= 1000 tr/min**).

De ces résultats, on déduit que le % passant en fonction des ouvertures de tamis augmente similairement et pratiquement pour la majorité des échantillons pour atteindre un maximum de 99,99%, ce qui est expliqué par la réduction quasi totale des fractions granulométriques grossière de +0,5 mm. En effet, le temps de broyage élevé n'influe pas réellement sur le % passant de chaque fraction granulométrique. En revanche, pour le type de broyeur utilisé, on constate qu'une durée de 5 à 10 donne pratiquement le même % en masse de passant quel que soit la vitesse de broyage opérée.

On conclut, que le temps de 5 à 10 min peut être choisi comme le temps optimal de broyage dans un broyeur à disque pour un % en masse de passant le plus élevé. Cependant, le temps de broyage peut influencer les caractéristiques granulaires de minerai.

IV.1.1.2 Aire de la courbe granulométrique

L'exploitation des résultats d'analyse granulométrique nous a permis de calculer l'aire au-dessous de la courbe granulométrique par la présentation de % masse passant de produit en fonction de % en masse passant de l'alimentation, ainsi que son évaluation en fonction du temps et à différentes vitesses de broyage étudiées pour une première évaluation de l'efficacité de broyage. Les résultats sont présentés par les figures sous dessous

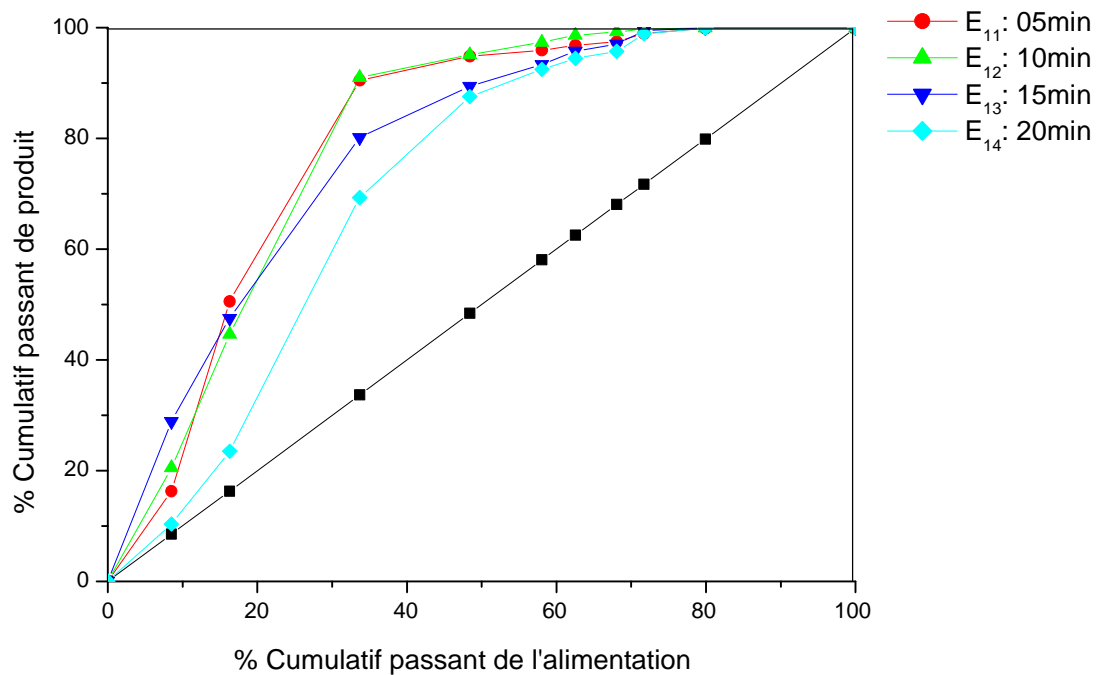


Figure IV.23 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage ($V=600$ tr/min).

La courbe de la figure IV.23 montre que l'aire cumulatif passant de produit est au-dessus de l'aire cumulatif de passant d'alimentation (présenté par la diagonale). Ce ci signifie qu'il y a broyage. En effet, l'aire entre les courbe et la diagonale est de plus en plus important que le temps de broyage est petit, jusqu'à ce qu'on enregistre une aire maximale pour un temps de broyage de 5 et 10 mn et cela la pour la plus faible vitesse de broyage de 600 tr/min.

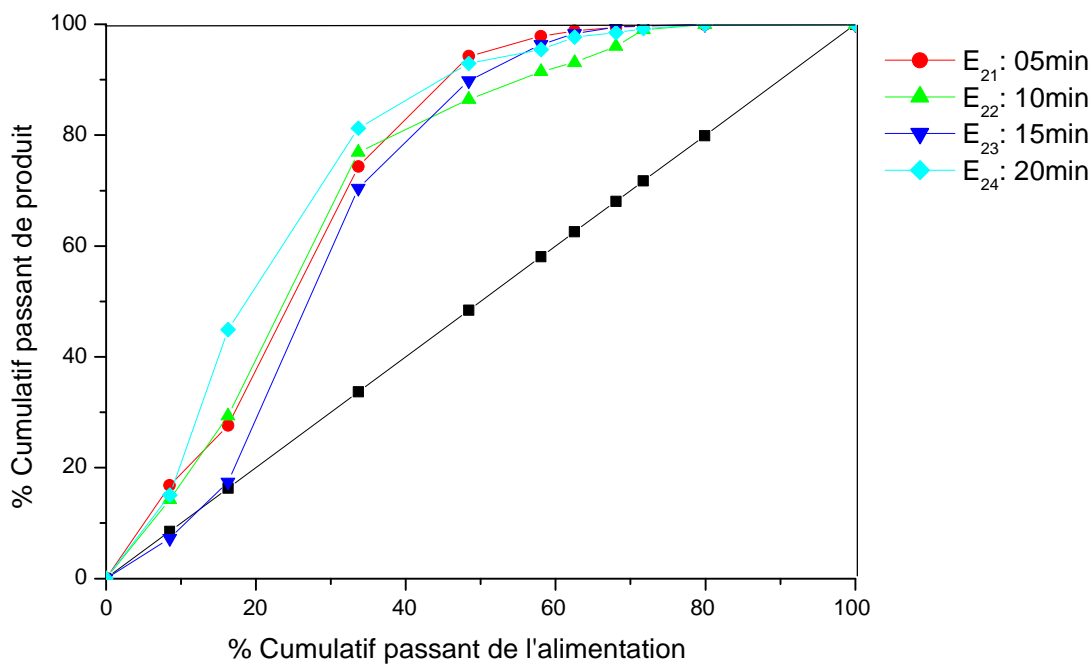


Figure IV.24 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage ($V=700$ tr/min).

La courbe de la figure IV.24 montre que l'ordre de disposition des courbes de % passant de produit en fonction de % passant de l'alimentation à 700 tr/min a varié tout en gardant pratiquement la même aire entre la courbe et la diagonale.

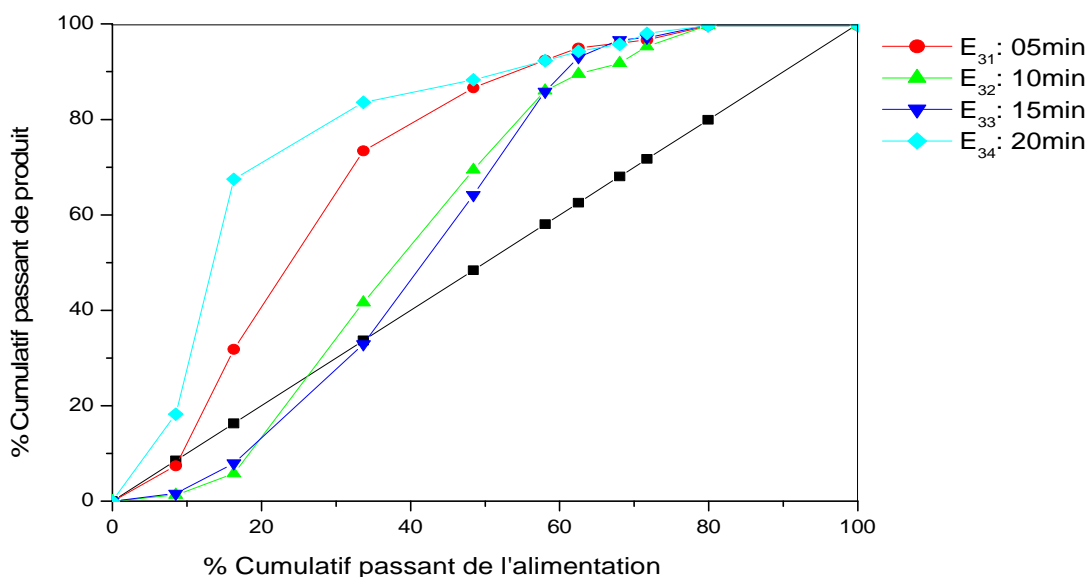


Figure IV.25 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage ($V=800$ tr/min).

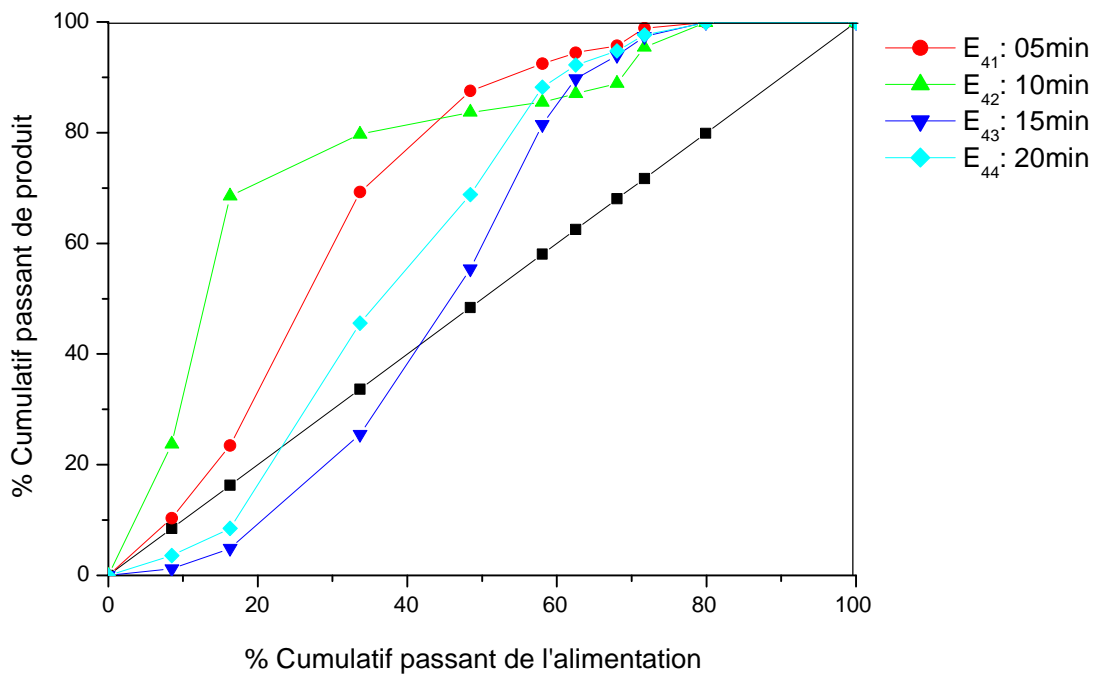


Figure IV.26 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage ($V=900$ tr/min).

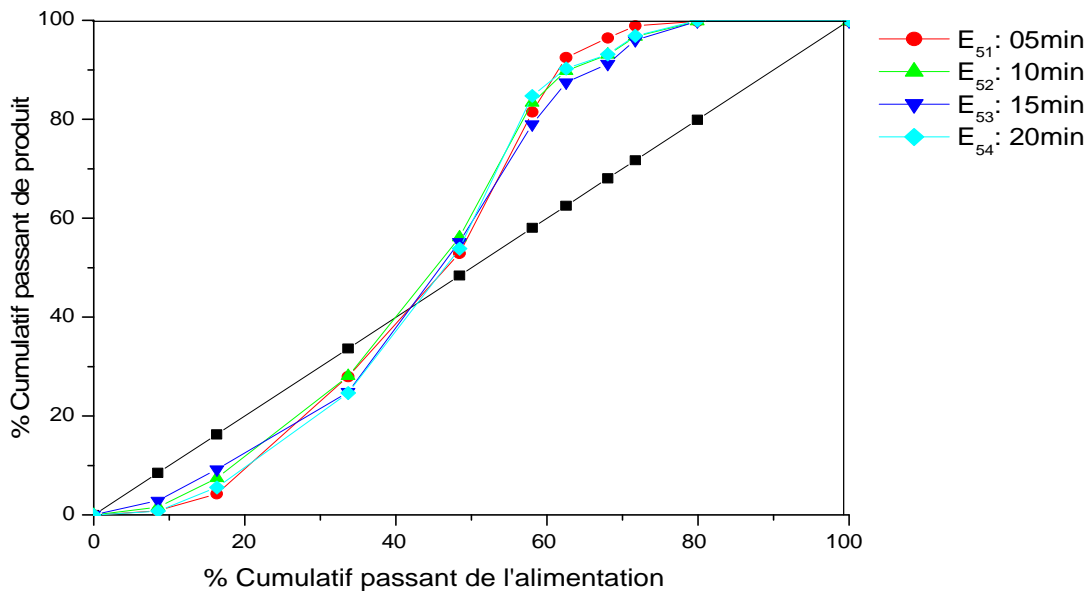


Figure IV.27 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage ($V=1000$ tr/min).

Contrairement aux figures précédentes, les courbes des figures IV.25, IV.26 et IV.27 montrent une différence dans la disposition des graphes principalement pour le temps plus élevé de broyage. Cette différence est observée par le déplacement au-dessous de la diagonale d'une partie de graphe, ce qui est expliqué probablement par l'agglomération des particules fines cohésives qui augmente en fonction de leur temps de séjour dans le broyeur.

IV.1.1.3 Diamètres caractéristiques et rapport de réduction

Les diamètres caractéristiques de la granulométrie et le rapport de réduction pour chaque paramètre de broyage de minerai sont rassemblés dans le tableau IV.8 suivant/

Tableau IV.8: Diamètres caractéristiques de la granulométrie de minerai avant et après broyage (V= 600 (tr/min))

Vitesse de broyage V(tr/mn)	Temps (mn)	Echantillons	Diamètres					Rr
			D80	D60	D50	D30	D10	
V=0	0	E	3,96	0,58	0,38	0,23	0,11	-
600	5	E ₁₁	0,23	0,19	0,16	0,15	< 0,11	17,21
	10	E ₁₂	0,23	0,21	0,18	0,14	< 0,11	17,21
	15	E ₁₃	0,25	0,21	0,17	0,11	< 0,11	15,84
	20	E ₁₄	0,31	0,23	0,22	0,19	0,11	12,77
700	5	E ₂₁	0,29	0,23	0,21	0,16	< 0,11	13,65
	10	E ₂₂	0,29	0,22	0,21	0,18	< 0,11	13,65
	15	E ₂₃	0,30	0,23	0,21	0,19	0,12	13,2
	20	E ₂₄	0,25	0,21	0,19	0,15	< 0,11	15,84
800	5	E ₃₁	0,30	0,23	0,20	0,16	0,14	13,2
	10	E ₃₂	0,45	0,31	0,29	0,23	0,19	8,8
	15	E ₃₃	0,46	0,34	0,30	0,25	0,18	8,60
	20	E ₃₄	0,23	0,18	0,17	0,14	<0,11	17,21
900	5	E ₄₁	0,31	0,23	0,22	0,19	0,11	12,77
	10	E ₄₂	0,25	0,18	0,15	0,12	< 0,11	12,77
	15	E ₄₃	0,49	0,38	0,33	0,26	0,19	8,08
	20	E ₄₄	0,45	0,31	0,26	0,22	0,18	8,8
1000	5	E ₅₁	0,49	0,39	0,34	0,25	0,19	8,08
	10	E ₅₂	0,47	0,38	0,33	0,25	0,19	8,42
	15	E ₅₃	0,53	0,38	0,33	0,26	0,16	7,47
	20	E ₅₄	0,47	0,38	0,33	0,25	0,19	8,42

Il ressort de ces résultats, que le rapport de réduction optimale 17,21 est obtenu pour un temps de séjour dans le broyeur de 5 et 10 min fonctionnant à une vitesse de 600 tr/mn.

IV.1.1.4 Les coefficients caractéristiques de la granulométrie

Les valeurs des coefficients granulaires calculées en fonction du temps de broyage à différentes vitesses sont rassemblées dans les tableaux IV.28, IV.29, IV.30, IV.31 et IV.32 de l'annexe (2).

Tableau IV.9 : Coefficients granulaires en fonctions de temps de broyage à différentes vitesses de broyage.

Vitesse (tr/mn)	Temps (min)	Cc (Avant/Après)	Cu (Avant /Après)
600	05	0,82/>1,07	5,27/> 1,72
	10	0,82/>0,84	5,27/> 1,90
	15	0,82/>0,52	5,27/> 1,90
	20	0,82/1,42	5,27/2,09
700	05	0,82/>1,01	5,27/> 2,09
	10	0,82/>1,33	5,27/> 2
	15	0,82/1,30	5,27/1,91
	20	0,82/0,97	5,27/> 1,90
800	05	0,82/0,79	5,27/1,64
	10	0,82/0,89	5,27/1,63
	15	0,82/1,02	5,27/1,88
	20	0,82/>0,98	5,27/> 1,63
900	05	0,82/1,42	5,27/2,09
	10	0,82/>0,72	5,27/> 1,63
	15	0,82/0,93	5,27/2
	20	0,82/0,86	5,27/1,72
1000	05	0,82/0,84	5,27/2,05
	10	0,82/0,86	5,27/2
	15	0,82/0,79	5,27/2,37
	20	0,82/0,69	5,27/2

Il ressort de ces résultats que:

- La granulométrie est serrée et bien répartie après 5 min de broyage à une vitesse de 600 (tr/min). Au-delà de 10 de broyage, une mauvaise répartition et graduation des grains apparaît par diminution de Cu à moins de 2,5 donc on a un écrasement des particules avec l'augmentation de temps, et probablement cette perturbation est liée à la forte agglomération des grains entre eux qui forme des particules assez cohésives.
- La granulométrie est toujours uniforme après le broyage et bien répartie et modérée
- L'uniformité des particules prépondérance des particules fines presque.

- uniformité et une continuité mal répartie après broyage avec des vitesses élevées 900 et 1000 tr/min, provoquées par la forte déformation et cassure des particules.

IV.1.1.5 Energie de broyage

L'évaluation de la consommation énergétique a été déterminée après broyage pour chaque temps et pour chaque vitesse. Les résultats obtenus sont illustrés dans le tableau IV.33 présentés en annexe (2) et figures IV.28 à IV.30 suivantes :

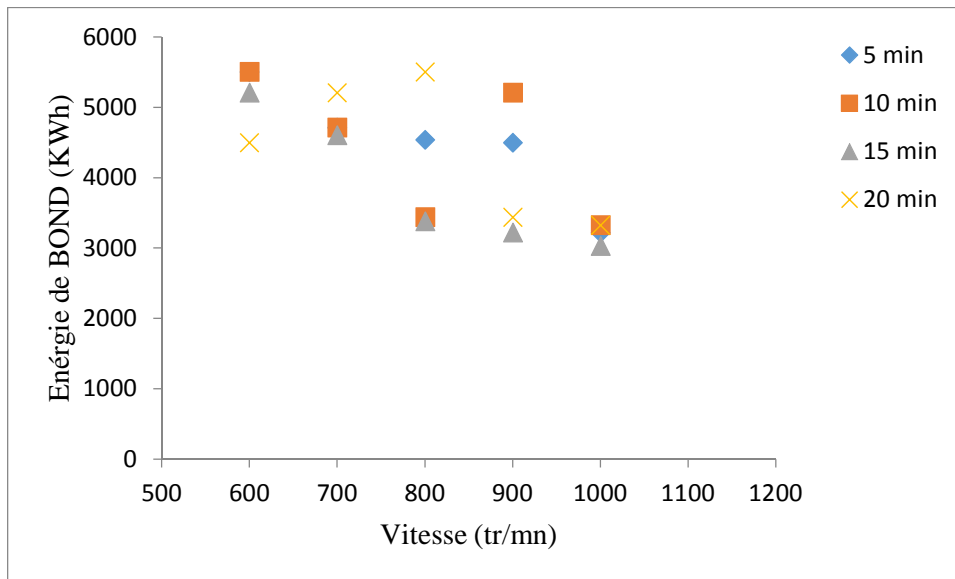


Figure IV.28: Variation de l'énergie de Bond en fonction du temps et de la vitesse de broyage

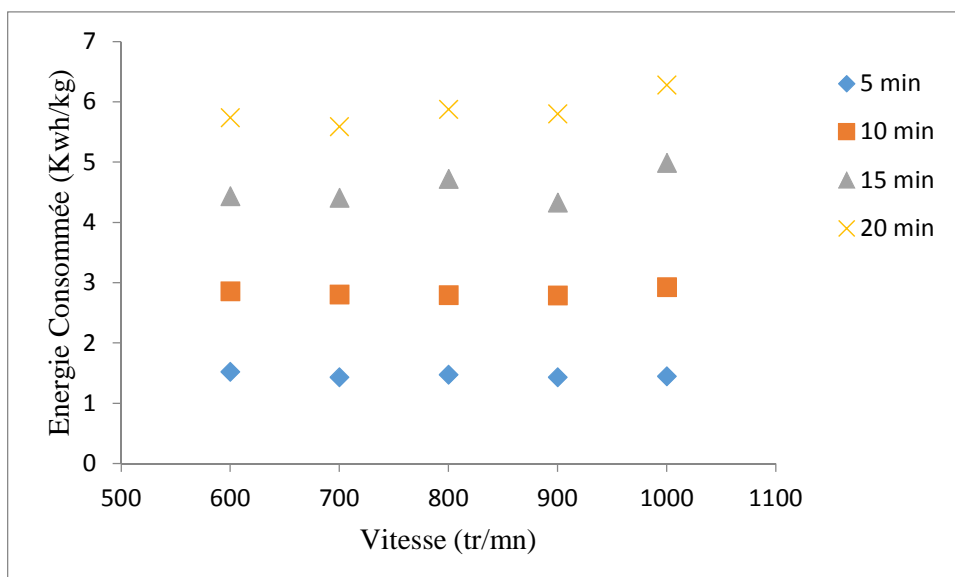


Figure IV.29 : Variation de l'énergie de Bond en fonction du temps et de la vitesse de broyage

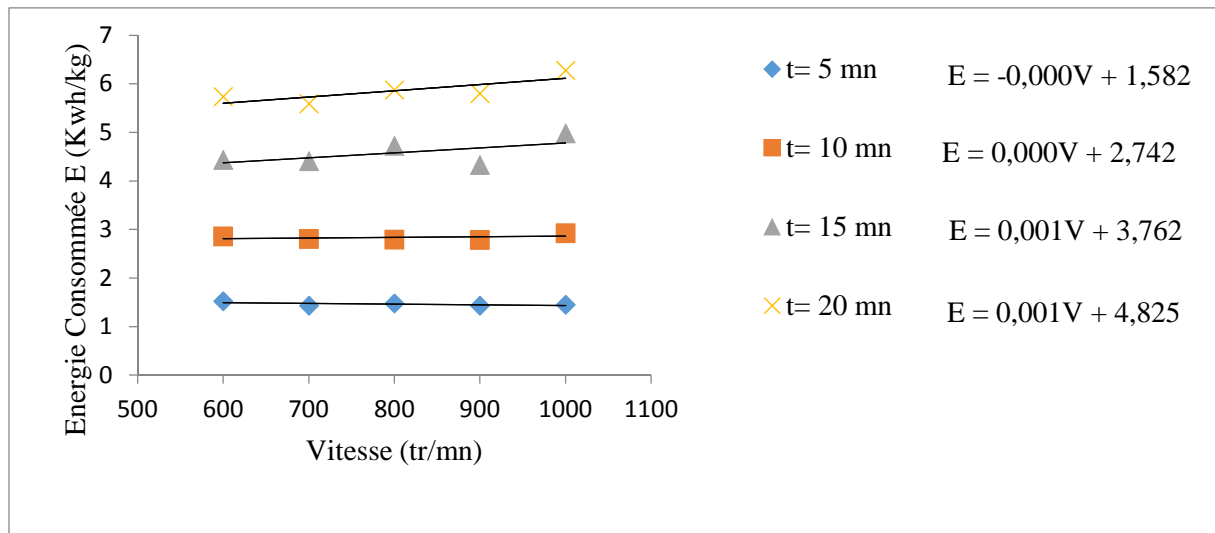


Figure IV.30: Energie consommée en fonction de ma vitesse pour différentes temps de broyage

Il ressort de ces résultats que:

- ✓ Que la variation de l'énergie est pratiquement linéaire en fonction de la vitesse et la pente augmente légèrement par augmentation du temps. Ceci est confirmé par les équations de droites présentant la variation de l'énergie consommée (E en kwh/kg) en fonction de la vitesse de broyage V(tr/mn) en fonction du temps de séjour de minerai dans le broyeur.
- ✓ la pente la plus faible (plus faible valeur de l'énergie) est obtenue après 5 min de broyage et cette énergie reste pratiquement constante (1.582 kwh/kg).
- ✓ l'augmentation de l'énergie consommée en fonction de temps de séjours des particules dans le broyeur et en fonction la vitesse de fonctionnement de ce dernier.

IV.1.1.6 Diamètres équivalents et variation de la surface spécifique (ΔS)

Les résultats de l'analyse granulométrique nous a permis encore de caractériser la granulométrie de minerai et d'étudier l'influence des paramètres de broyage (temps et vitesse) sur les diamètres équivalents en volume, en surface volumique ainsi que sur la variation de la surface spécifique des poudres obtenues. Cette dernière, étant un paramètre très important pour évaluer la réactivité de chaque fraction granulométrique pour une éventuelle valorisation minéralurgique. Les résultats sont rassemblés dans le tableau IV.55 présentés en annexe (2) et figures IV.31 et IV.32 suivants :

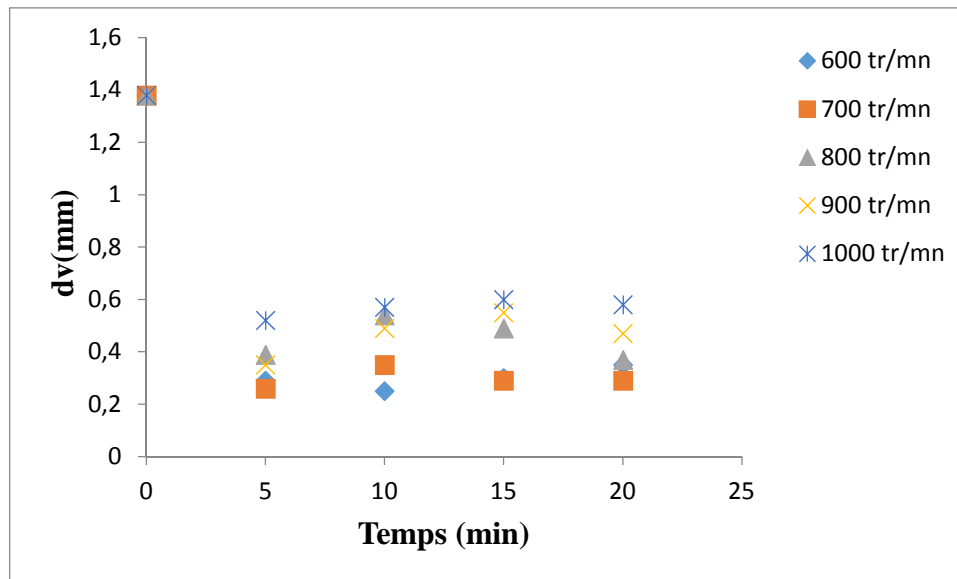


Figure IV.31 : Variation de diamètre équivalent en volume en fonction de temps broyage à différentes vitesse de broyage

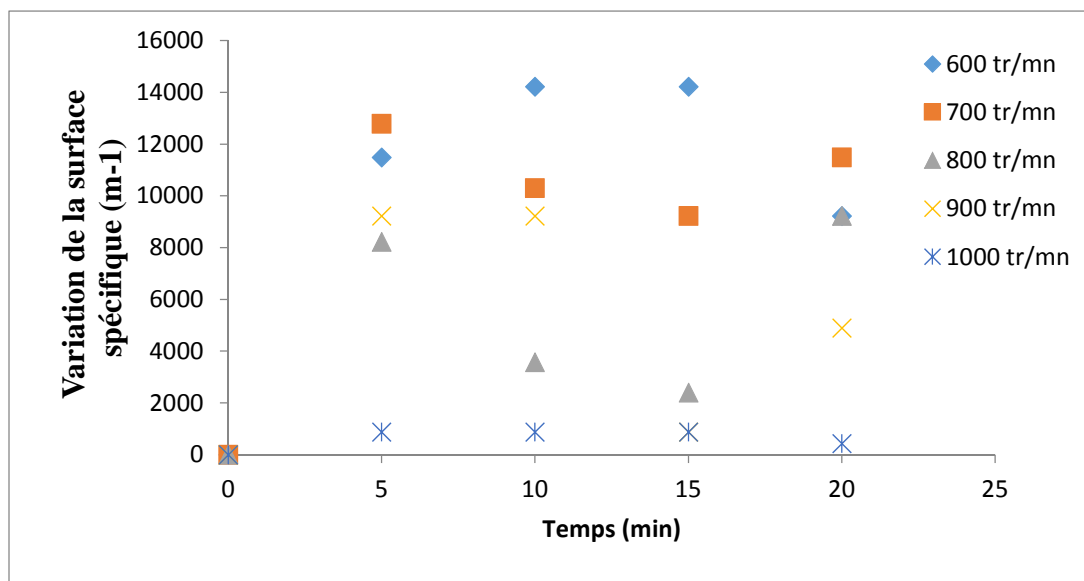


Figure IV.32 : Variation de la surface spécifique en fonction de temps broyage à différentes vitesse de broyage

Au vue de ces résultats, on conclut que la surface spécifique des poudres obtenues varie en fonction du temps et de la vitesse de broyage. En effet, la différence de la surface spécifique avant et après broyage est maximale de 14420 m^{-1} pour une vitesse de broyage de 600 tr/min durant 10 min.

En revanche, à la vitesse maximale opérée (1000 tr/min), on enregistre une plus faible variation de surface spécifique quelque soit le temps de broyage, ce qui probablement due au colmatage et/ou le ré agglomération des particules fines.

IV.1.1.7 Coefficient énergétique et labroyabilité

Le tableau IV.56 donné en annexe (2) et les figures IV.33 et IV.34 illustrées ci-dessous regroupe les résultats du coefficient énergétique η et la broyabilité où grindabilité Gr après le broyage pour différents temps et vitesse de broyage.

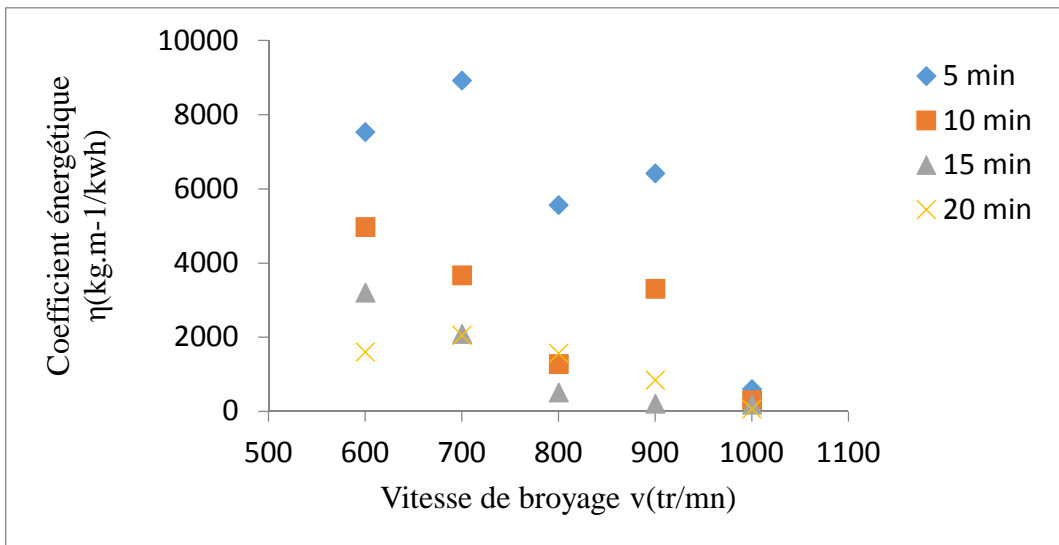


Figure IV.33 : Variation du coefficient énergétique en fonction de la vitesse et du temps de broyage (min).

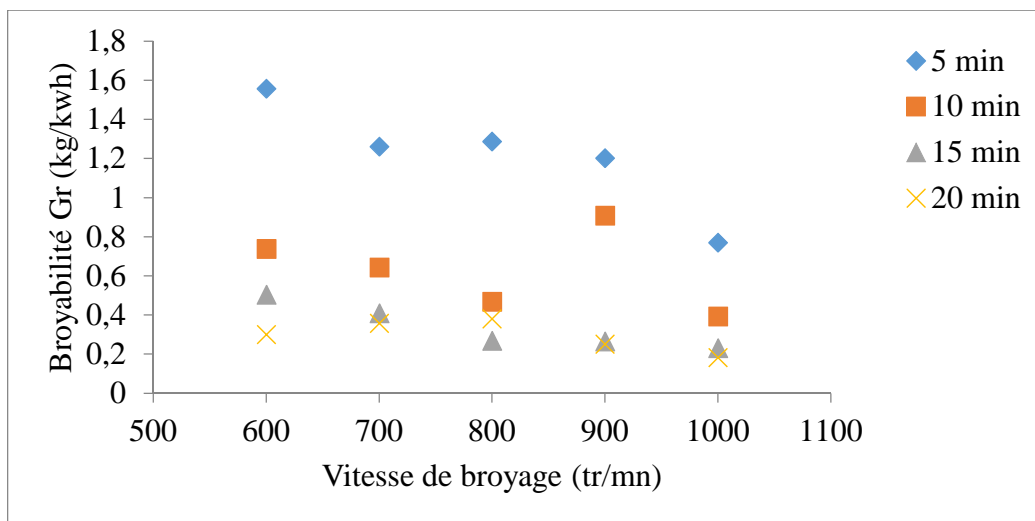


Figure IV.34: Variation de la broyabilité (Gr) en fonction de la vitesse et du temps de broyage (min).

Au vue de ces résultats, on conclut que :

- ✓ la broyabilité et le coefficient énergétique varient en fonction du temps et de la vitesse de broyage.
- ✓ La broyabilité atteint sa valeur maximale de 1.56 kg/kwh avec un coefficient énergétique le plus élevé 7535 (kg.m⁻¹/kwh) correspondant à une énergie plus faible de 1.45 kwh/kg après 5 minute de broyage à une vitesse de 600 tr/mn

On conclut de ces résultats que coefficient énergétique et la broyabilité sont diminués avec l'augmentation de temps, ce qui influence par l'augmentation d'énergie consommée pendant le broyage. et ils sont variés en fonction de vitesse.

IV.1.2 Caractérisation minéralogique

IV.1.2.1 Introduction

L'analyse minéralogique a pour objet l'identification et le dosage de minéraux. Son processus est très différent de celui de l'analyse chimique qui ne donne que la composition élémentaire des matériaux exprimés en oxyde, et de ce fait n'apporte pas de renseignement sur le mode de combinaison des éléments. L'analyse minéralogique moderne a par conséquent recours à un ensemble de moyens instrumentaux, chacun d'eux permettant de plus au moins préciser telle ou telle caractéristique spécifique de chaque minéral présent dans les mélanges. En effet, un minéral peut être caractérisé par :

- Sa structure cristalline (répartition des atomes dans les réseaux géométriques qui est mise en évidence grâce au diagramme de monocristaux par diffraction des rayons X (DRX) ;
- Son réseau cristallin qui peut être extrait des diffractomètres des rayons X ;
- Sa teneur dans un mélange qui peut être dosé dans certains cas par diffractométrie quantitative de rayons X par des méthodes dites de l'étalon interne des rayons X ;

IV.1.2.2 Analyse minéralogique par diffraction de rayons

La diffraction des rayons X permet une identification précise des minéraux, cette méthode demeure indispensable dans le cas de roches et de minéraux à grain très fin.

Toutefois, son emploi peut être difficile lorsque la roche comprend de nombreux minéraux.

Il ressort des résultats du minerai de phosphate brut la présence des éléments phosphatés et des éléments de la gangue.

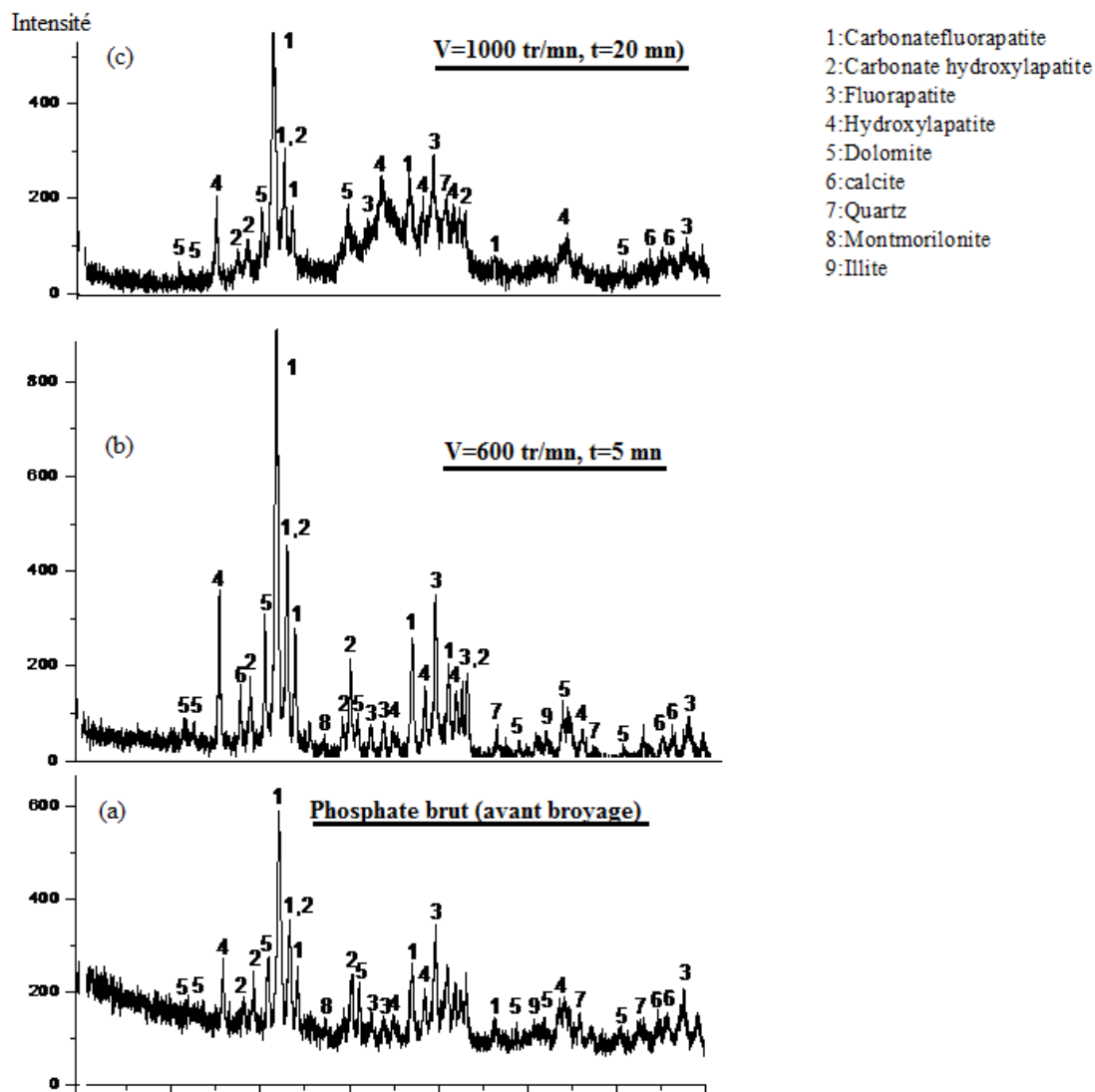


Figure IV.35: Diffractogramme des rayons X: (a) Phosphate noir brut (avant broyage), (b) après broyage à $V=600$ tr/min, $t=5$ min, (c) après broyage $V=1000$ tr/min, $t=20$ min

Les diffractogramme de la figure IV.35 font ressortir:

✓ les minéraux suivants : Carbonate fluorapatite, Carbonate hydroxylapatite, Fluorapatite et Hydroxylapatite , comme principaux minéraux majoritaires avant le broyage (phosphate brut) accompagnés par les phase minéralogiques de la Dolomite, Calcite, Quartz, Montmorillonite et Illite comme des élément de la gangue à avec des intensités plus au moins faibles.

✓ la libération des principaux minéraux présentant les particules apatitiques (l'hydroxyl apatite, fluorapatite, carbonate fluorapatite, après broyage au conditions optimale déterminées précédemment($V=600$ tr/mn, $t=5$ min)

✓ la vitesse maximale de broyage ($v=1000$ tr/mn) avec une durée de séjours maximale opérée ($t=20$ mn) le diffractogramme devient plus complexe formant ainsi des pics d'intensité plus faibles et superposés ce qui confirme la destruction des différentes particules constituant les phases minéralogiques présentes dans le minerais et/ou l'agglomération des microfines produites après broyage.

V.1.3 Caractérisation texturale

La caractérisation de la texture des matériaux repose essentiellement sur les isothermes d'adsorption et de désorption de l'azote à sa température de liquéfaction (77,35 K).

Rappelons que la texture d'un solide peut être définie par sa surface spécifique, son volume poreux, la forme et la taille de ces pores ainsi que la distribution poreuse.

Dans tout les cas l'accessibilité des pores ouverts à un fluide (gazeux ou liquide) dépend du rapport de la taille de la molécule à l'ouverture de celle-ci.

L'étendu de l'interface existant entre un solide poreux et une phase fluide doit tenir compte de l'aire latérale de tous les pores : celui-ci est appelée surface interne par opposition à la surface externe qui est, par définition, l'enveloppe des particules. La somme de la surface externe et de la surface interne est la surface totale.

Les propriétés d'un solide poreux dépendent essentiellement de la géométrie et de la taille des pores ainsi que leur distribution. Traditionnellement, on distingue trois type de pores :

- Les macropores dont la largeur est supérieure à 50 nm
- Les mésopores dont la largeur est compris entre 2 et 50 nm
- Les micropores dont la largeur est inférieure = 2 nm

IV.1.3.1 Isothermes d'adsorption et de désorption

L'allure des isothermes d'adsorption est une, parmi les indicateurs des formes et des caractéristiques texturales des matériaux solides. C'est une donnée expérimentale objective qui doit être tout d'abord prise en considération avant de tenter d'obtenir des informations quantitatives.

Les isothermes d'adsorption-désorption d'azote sont tracées, pour l'adsorbant de phosphate noir de Kef Essenine, en reportant le volume adsorbé par gramme d'adsorbant En fonction de la pression relative.

Les résultats obtenus sont tracés sur les figures IV.36 à IV.39 ci-dessous :

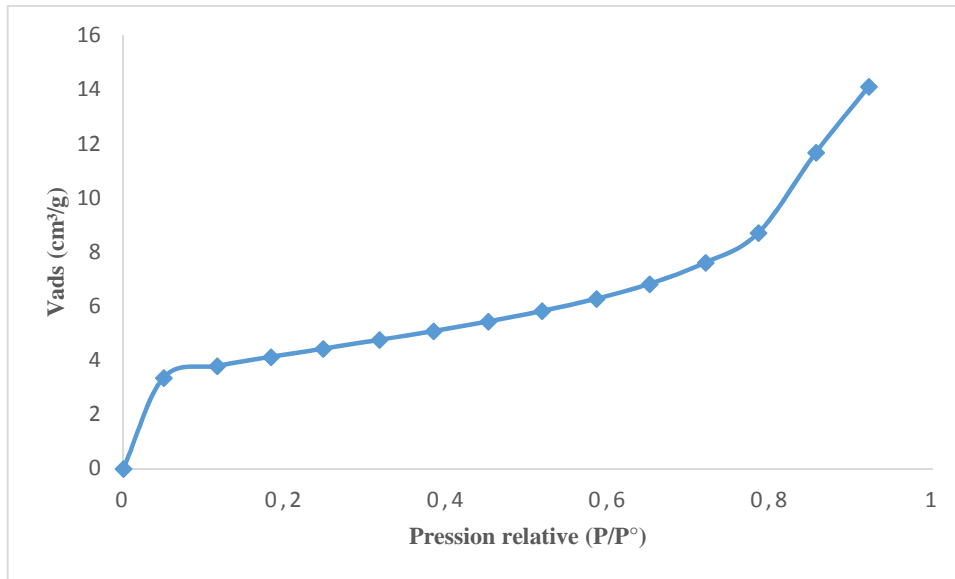


Figure IV.36: Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir (avant broyage).

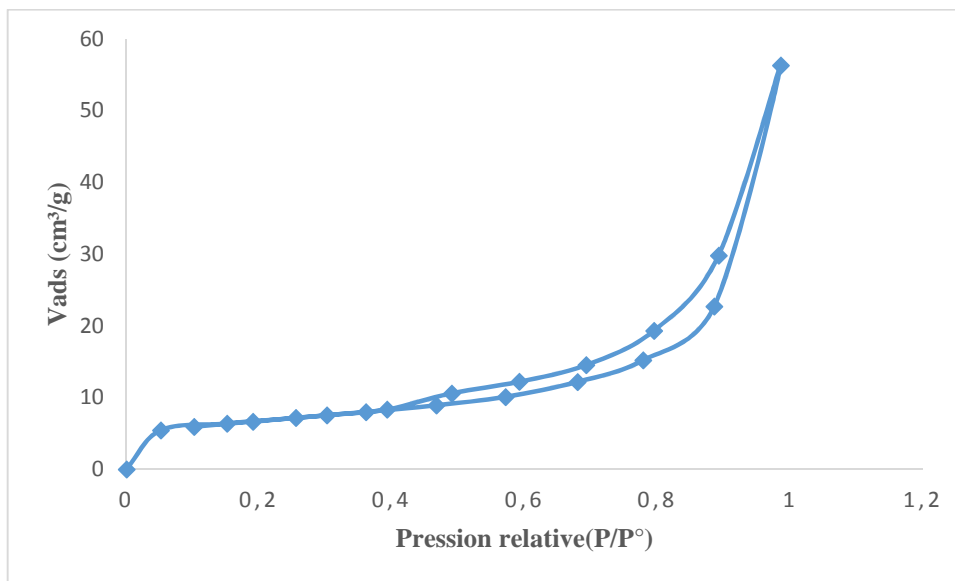


Figure IV.37: Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir après le broyage sec (V=600 tr/mn, t= 10 mn) (E₁₂).

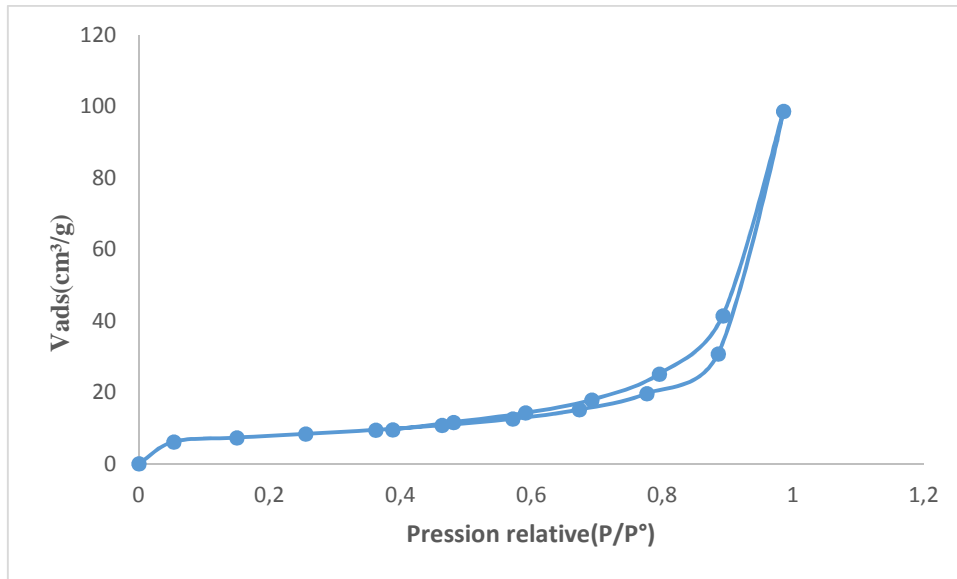


Figure IV.38 : Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir après le broyage (V=1000 tr/mn, t=10 mn) (E₅₂).

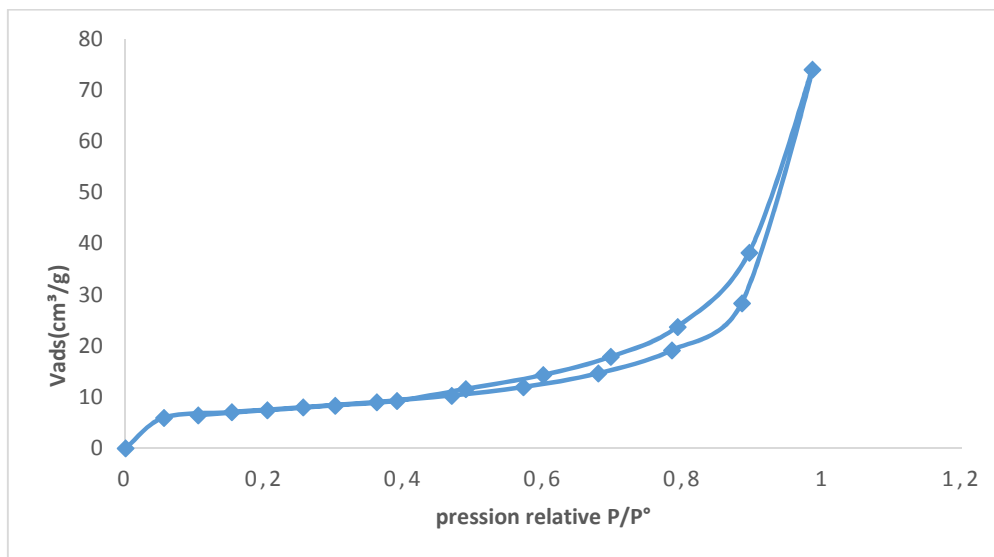


Figure IV.39 : Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir après le broyage (v=1000 tr/mn, t=20 mn) (E₅₄).

Les isothermes d'adsorption de gaz azote, obtenues sur les différents matériaux s'apparentent au type IV de la classification de L'IUPAC. Ce type d'isotherme est obtenu avec des adsorbants méso-poreux dont le rayon des pores est compris entre 25 et 500 Å [108]. De plus, les courbes présentent une hystérésis lors de la désorption. Nous avons identifié la ressemblance de cette hystérésis avec le type H₃ selon la classification de L'IUPAC. En effet, la boucle d'hystérésis de type H₃ peut être attribuée aux solides ayant des pores en fente [21,20].

IV.1.3.2 Exploitation des isothermes d'adsorption et de désorption d'azote pour l'étude de la texture des matériaux

Cette étude a pour but l'exploitation des isothermes d'adsorption et de désorption d'azote en vue de déterminer les caractéristiques texturales et poreuses des matériaux, à savoir ; la surface spécifique, le volume poreux total, le rayon moyen des pores et la distribution poreuses.

IV.1.3.2.1 Détermination de la surface spécifique

Malgré les nombreuses réserves formulées par les spécialistes à l'encontre de la théorie

De BET [21], son utilisation demeure encore actuellement à la base de tous les calculs d'aires spécifique effectués à partir des données expérimentales d'adsorption. En effet, l'équation transformée BET est utilisée comme une équation de référence pour le calcul de la constante C et la quantité de matière (masse, volume ou nombre de mole) nécessaire pour recouvrir entièrement la surface du solide d'une couche mono-moléculaire d'adsorbat.

Les résultats d'adsorption-désorption d'azote obtenu sont exploités pour le calcul des surfaces spécifiques en appliquant la théorie de BET. Pour obtenir la surface spécifique de ces adsorbants, il faut d'abord trouver le domaine de pression relatives dans lequel l'équation transformée BET est applicable [21,23].

Dans le domaine $0,05 < P/P^{\circ} < 0,35$, la représentation des données expérimentales dans le diagramme $(P/P^{\circ}, 1/(V_{ads}(P^{\circ}/P-1)))$ est une droite pour le matériau. L'exploitation des pentes et des ordonnées à l'origine de ces droites nous permet d'accéder à la constante C et à V_m , afin de déduire la surface de chaque échantillon en appliquant l'équation BET .les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau IV.18

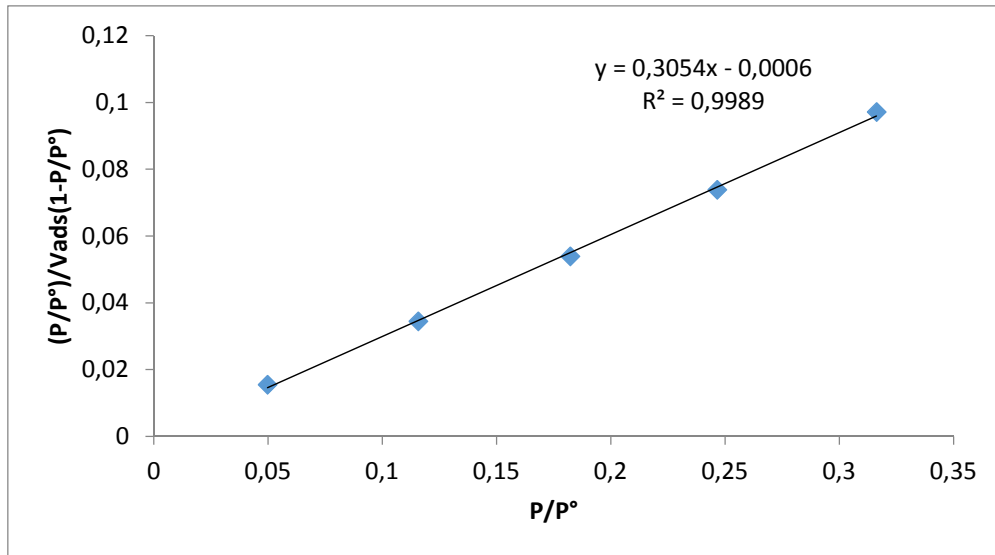


Figure IV.40 : Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (avantbroyage)

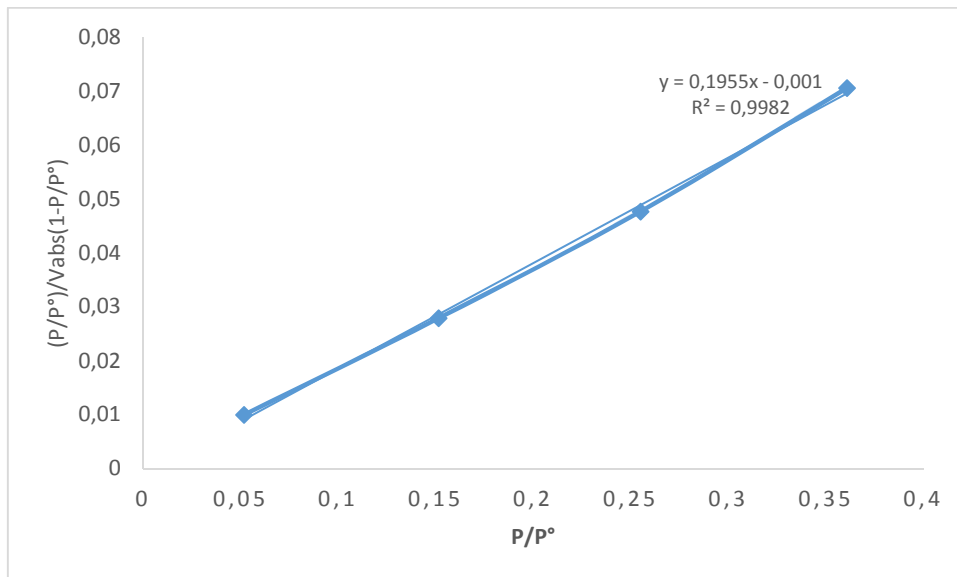


Figure IV.41 : Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 k sur le phosphate noir après broyage (V=600 tr/mn, t=10 mn) (E₁₂).

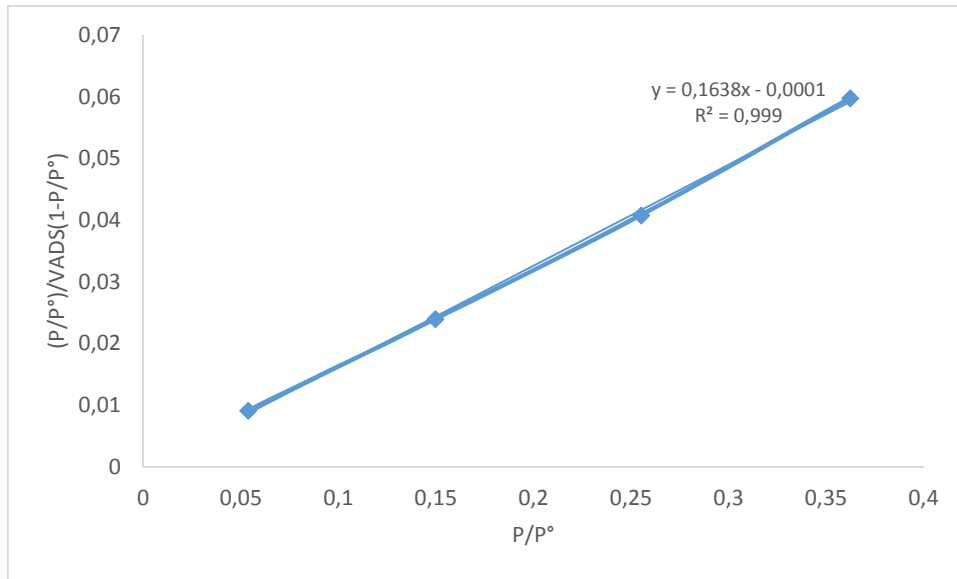


Figure IV.42 : Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (après le broyage E₅₂).

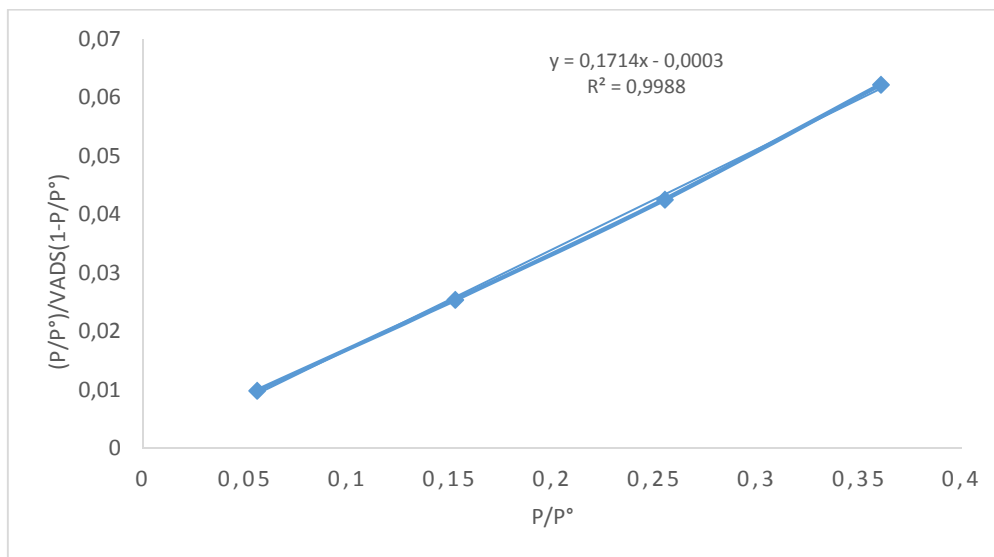


Figure IV.43 : Courbe de BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (après le broyage(E₅₄)).

Tableau IV.10 :Données du modèle BET pour le phosphate noir brut.

Adsorbats		Pente (α)	Ordonnée à l'origine (β)	$C = \frac{\alpha}{\beta} + 1$	$V_m = \frac{1}{\alpha + \beta}$ (cc/g d'adsorbat)	$S_{BET} = 4,356 * V_m$ (m ² /g)
Avant broyage	E _T	0,3054	-0,0006	-508	3,280	14,287
Après broyage	E12	0,1955	-0,001	-194,5	5,141	22,394
	E52	0,1638	-0,0001	-1637	6,108	26,606
	E54	0,1714	-0,0003	-570,33	5,844	25,439

Selon la littérature, il est fondamental de vérifier par les tests ci-dessous (a,b,c), que les valeurs de C et de V_m calculées à partir de la loi BET sont cohérentes [21].

Test a : Test permettant de vérifier la cohérence des résultats obtenus

La valeur de V_m calculée à partir de l'équation BET doit être comprise entre les valeurs expérimentales du volume adsorbé dans le domaine de pression choisis pour appliquer la loi BET :

- **Pour le phosphate noir brute (avant broyage E_T)** : $3,3607 < V_m = 3,28 < 4,7573$

3,3607 cm³/g représentent la valeur du volume adsorbé correspondant à la pression relative 0,049667 et la valeur 4,7573 cm³/g celle correspondant à la pression relative 0,31621.

La valeur de V_m est comprise entre les valeurs expérimentales choisis pour appliquer la loi BET, d'où le premier test (test a) est vérifié pour le phosphate noir.

- **Pour le phosphate noir (après le broyage sec E₁₂ à t=10min et avec une vitesse 600tr/min)** : $5,4466 < V_m = 5,141 < 7,9965$

5,4466 cm³/g représentent la valeur du volume adsorbé correspondant à la pression relative 0,051505 et la valeur 7,9965 cm³/g celle correspondant à la pression relative 0,360567.

La valeur de V_m est comprise entre les valeurs expérimentales choisis pour appliquer la loi BET, d'où le premier test (test a) est vérifié pour l'échantillon(E₁₂).

- **Pour le phosphate noir (après le broyage sec E₅₂ à t=10min et avec une vitesse 1000tr/min)** : $6,1679 < V_m = 6,108 < 9,493$

6,1679 cm³/g représentent la valeur du volume adsorbé correspondant à la pression relative 0,053533 et la valeur 9,493 cm³/g celle correspondant à la pression relative 0,362214.

La valeur de V_m est comprise entre les valeurs expérimentales choisies pour appliquer la loi BET, d'où le premier test (test a) est vérifié pour l'échantillon(E₅₂).

• **Pour le phosphate noir (après le broyage sec E₅₄ à t=20min et avec une vitesse 1000tr/min) : 5,9551 < V_m=5,844 < 9,0516**

5,9551 cm³/g représentent la valeur du volume adsorbé correspondant à la pression relative 0,055437 et la valeur 9,0516 cm³/g celle correspondant à la pression relative 0,360295.

Test b : test permettant de vérifier la cohérence des résultats obtenus

On utilise l'équation BET pour calculer, à partir de la valeur de C, la valeur de la pression relative (P/P₀) à laquelle la couche monomoléculaire doit théoriquement se former en utilisant la relation suivante:

$$\left(\frac{P}{P_0}\right)_{V_m} = \frac{1}{\sqrt{C+1}}$$

La valeur ainsi calculée doit coïncider avec l'abscisse du point lue directement sur l'isotherme d'adsorption et pour lequel V_{ads}= V_m.

• **Pour le phosphate noir brut (avant broyage (E_T)) :**

C=-508 < 0 ; V_m=3,280. $\left(\frac{P}{P_0}\right)_{V_m} = \frac{1}{1+\sqrt{C}}$ indéfini.

Test non vérifié.

• **Pour le phosphate noir brut (Après broyage (E₁₂)) :**

C=-194,5 ; V_m=5,141. $\left(\frac{P}{P_0}\right)_{V_m} = \frac{1}{1+\sqrt{C}}$ indéfini.

Test non vérifié.

• **Pour le phosphate noir brut (Après broyage (E₅₂)) :**

C=-1637 ; V_m= 6,108. $\left(\frac{P}{P_0}\right)_{V_m} = \frac{1}{1+\sqrt{C}}$ indéfini.

Test non vérifié.

• **Pour le phosphate noir brut (Après broyage (E₅₄)) :**

$$C = -570,33 ; V_m = 5,844. \quad \left(\frac{P}{P_0}\right)_{V_m} = \frac{1}{1 + \sqrt{C}} \text{ indéfini}$$

➤ **Test c : Test permettant de vérifier la cohérence des résultats obtenus :**

Il est intéressant de noter que, dans le domaine où l'équation transformée BET s'applique, le terme $V_{ads} (1 - P/P_0)$ augmente en même temps que P/P_0 pour (le phosphate noir avant et après le broyage sec). Ce n'est plus le cas pour les autres points expérimentaux, hors de ce domaine, pour lequel ce terme décroît malgré l'augmentation de P/P_0 . Cette observation peut être utilisée pour limiter automatiquement le nombre de points expérimentaux utilisés pour l'application de la loi de BET.

IV.1.3.2.2 Détermination du volume poreux total (méthode de Gurvitch)

Un solide poreux peut être caractérisé à partir du volume de substance adsorbée, supposée liquide, nécessaire pour saturer tous les pores ouverts d'un gramme de solide [21].

Ce volume poreux total est égal au volume d'azote adsorbé à la saturation ($P/P_0 \approx 1$), il est habituellement exprimé en cm^3 de liquide par gramme d'adsorbant. Il est estimé en multipliant la valeur du volume obtenue (valeur donnée en condition STP) par le coefficient de conversion qui est égal à 0,001547 [24].

A partir des isothermes d'adsorption et de désorption d'azote à 77,35 K, figures IV.36, IV.37, IV.38 et IV.39, le volume d'azote adsorbé à la saturation à (P/P_0) est donnée dans le tableau IV .11 ci dessous :

Tableau IV.11 : Volume total des pores pour les différents échantillons étudiés

Echantillons	$V_{ads} (\text{cm}^3 / \text{g})$ (à $P/P_0=1$)	$V_{pt} (\text{cm}^3/\text{g})$
E_T (avant broyage)	14,1132	0,02183
E_{12} (après broyage)	56,3526	0,0871
E_{52} (après broyage)	98,7295	0,1527
E_{54} (après broyage)	74,0432	0,1145

Ces résultats montre que clairement que le volume total des pores varie par la variation de temps et la vitesse de broyage, cette variation se diffère d'un minerai avant le broyage au minerai après le broyage par voie sèche.

Cette différence est due principalement à la création des pores par le mode de fragmentation en voie sèche et plus exactement la désagrégation et la libération de particules constituant le minéral.

IV.1.3.2.3 Caractérisation de la microporosité et détermination des surfaces spécifiques externes

L'exploitation de courbe transformée (t-plot), nous permet de déterminer d'une part, la surface externe et d'autre part, la surface microporeuse et le volume des ultramicropores.

Dans le cas de l'azote adsorbé à 77,35 K, la surface externe se calcule à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe, dans le domaine $3,5\text{Å} < t < 5\text{Å}$, par la relation suivante [22] :

$$S_{\text{ext}} = 15,47 \cdot a$$

Où a : Pente de la partie linéaire de la courbe transformée t , dans le domaine $3,5\text{Å} < t < 5\text{Å}$ ($\text{cm}^3/\text{g}\cdot\text{Å}$).

La surface microporeuse est obtenue par différence entre la surface totale (BET) et la surface externe. Le volume des ultra micropores est donnée par l'ordre à l'origine [21].

Nous donnons sur les figures IV.44, IV.45, IV.46 et IV.48 les courbes transformée t en fonction V_{ads} .

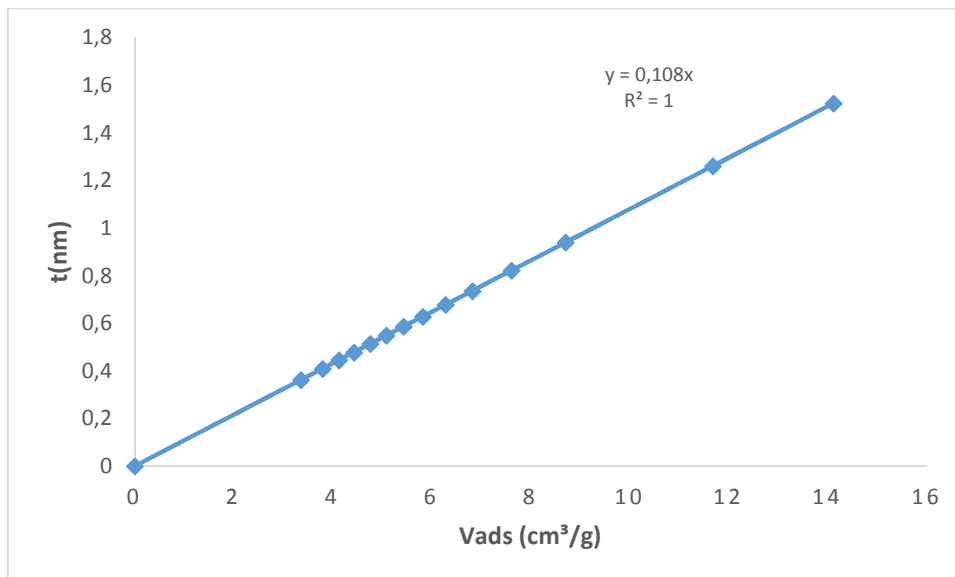


Figure IV.44 : Diagramme t-plot de phosphate noir (après le broyage sec (E_T)).

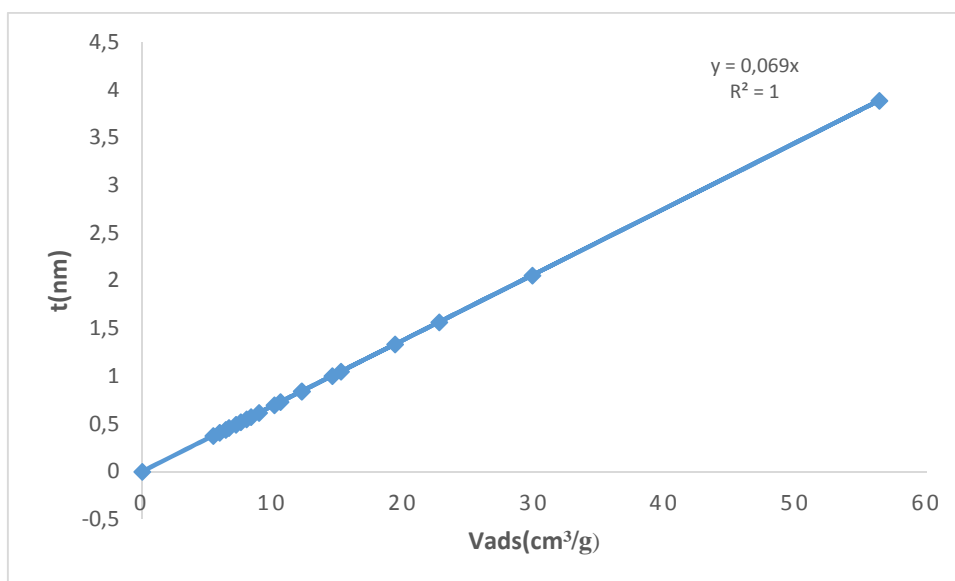


Figure IV.45 : Diagramme t-plot de phosphate noir (après le broyage sec (E₁₂)).

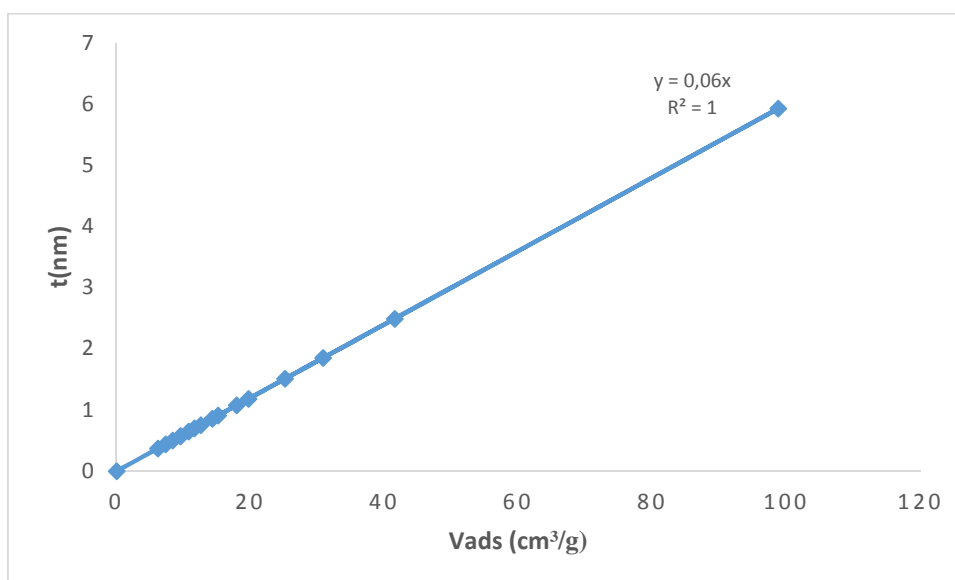


Figure IV.46 : Diagramme t-plot de phosphate noir (après le broyage sec (E₅₂)).

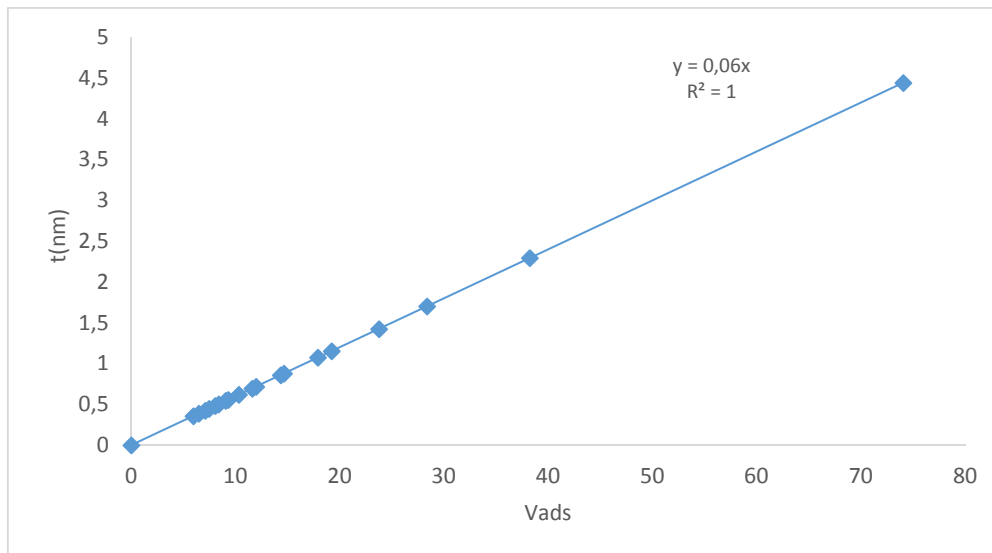


Figure IV.47 :Diagramme t-plot de phosphate noir (après le broyage sec (E₅₄)).

L'examen des courbes des figures IV.44, IV.45, IV.46 et IV.47 obtenues sur les échantillons (E_T, E₁₂, E₅₂, E₅₄) respectivement montre que les courbes transformée t correspondent à la forme I de De Boer [22]. Les courbes transformée t sont des droite passant par l'origine dans tout le domaine des pressions relative. Ces courbes sont caractérisées d'un adsorbant non poreux.

Les résultats trouvés sont rassemblés dans le tableau IV.12 suivante :

Tableau IV.12 : Résultats de la caractérisation des micropores et de la surface externe

Adsorbants	Avant le broyage	Après le broyage		
	E	E ₁₂	E ₅₂	E ₅₄
S_{BET} (m² /g)	14,28	22,3	26,593	25,41
Pente (a)	0,108	0,069	0,06	0,06
S_{ext} (m² /g)=a*15,47	1,6707	1,067	0,9282	0,9282
S_{mic}(cm²/g)=S_{BET}-S_{ext}	12,61	21,23	25,7	24,48
V_{mic} (cm³/g)	0	0	0	0
Ordonnés à l'origine				

Il est relevé de ces résultats, l'augmentation importante de la surface microporeuse (de 12 m² /g jusqu'à 25,7 m²/g) du à la rupture des connectivités entre les ultra micropores dont

leur volume diminue par effet d'écrasement qui atteint la surface interne du matériau, au delà on a une diminution de la surface microporeuse pour l'échantillon (54) ce qui confirme que dans le broyage sec il n'est pas efficace.

IV.1.3.2.4 Détermination du volume microporeux

Le volume microporeux peut être déterminé à partir de l'équation de Dubinin-Radushkevich, en portant en diagramme la valeur de $\log V_P$ en fonction de $(\log P_0/P)$. Nous donnons ci-dessus, les courbes transformées de Dubinin-Radushkevich du p

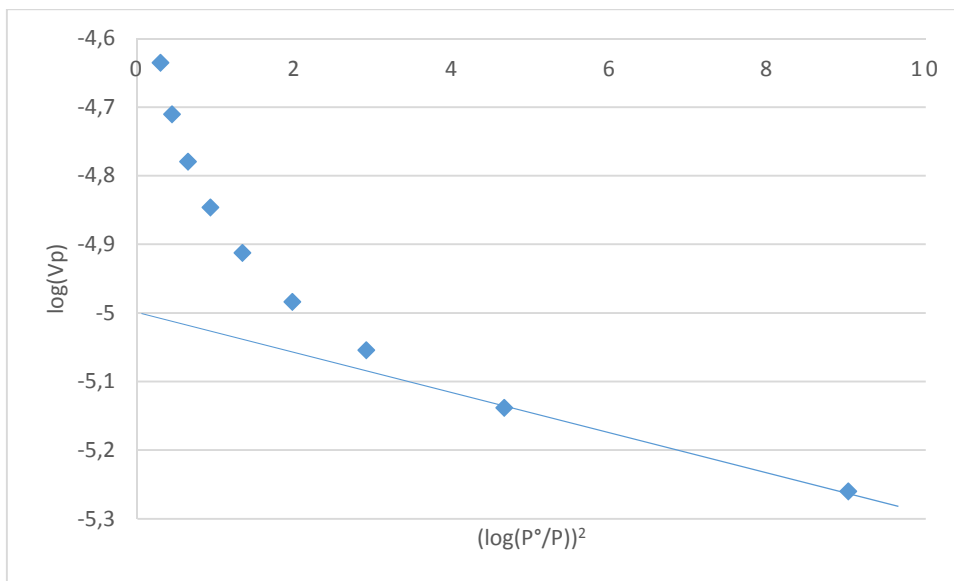


Figure IV.48 : Transformation de Dubinin-Radushkevich de l'échantillon témoin.

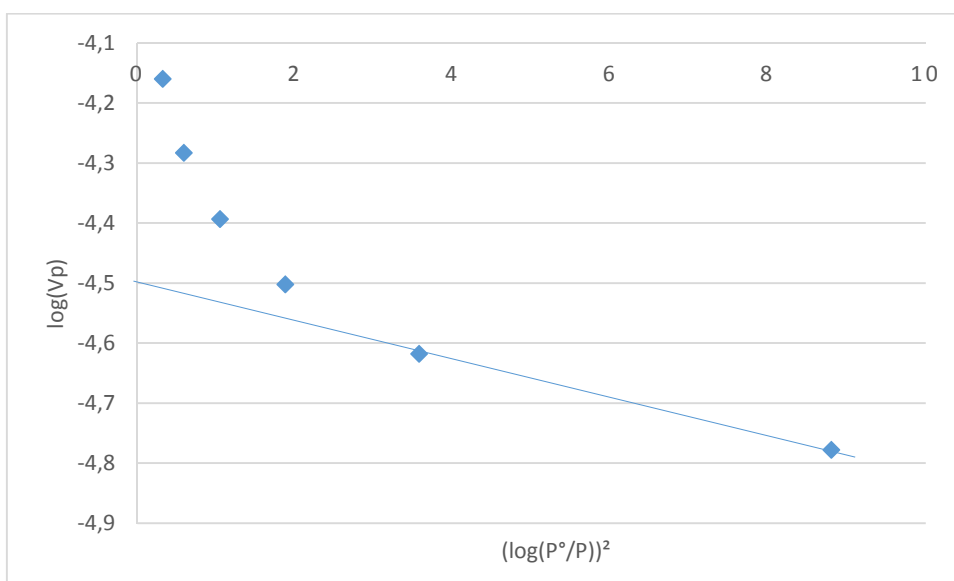


Figure IV.49 : Transformation de Dubinin-Radushkevich de (E₁₂) après le broyage sec.

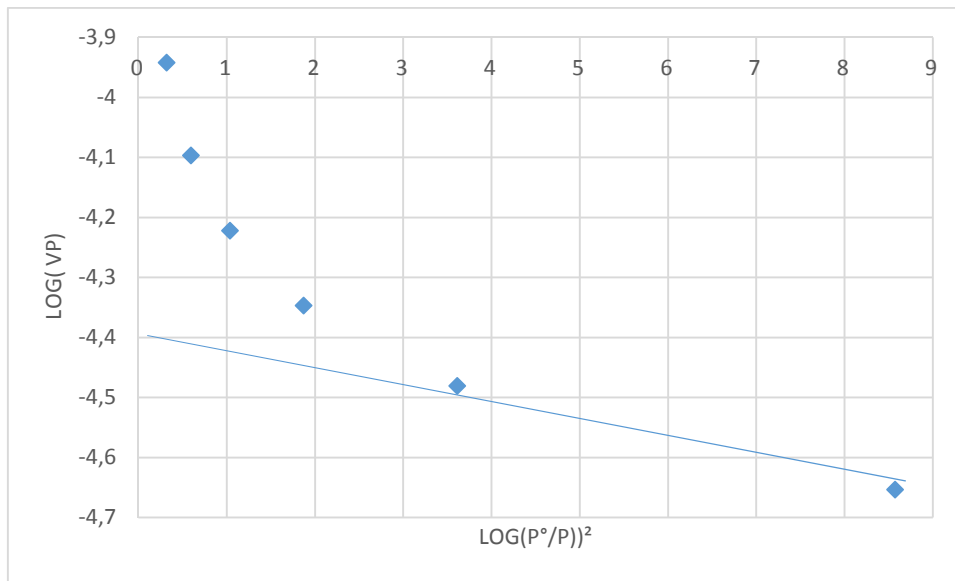


Figure IV.50 : Transformation de Dubinin-Radushkevich de (E₅₂) après le broyage sec.

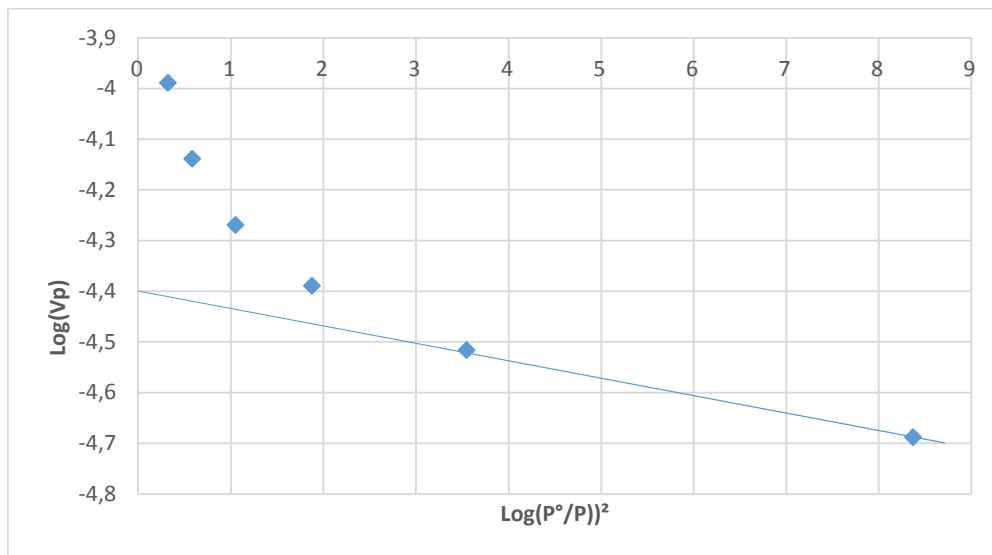


Figure IV.51 : Transformation de Dubinin-Radushkevich de (E₅₄) après le broyage sec.

Tableau IV.13 : Volume microporeux de phoaphate noir avant le broyage et après broyage

	Avant broyage	Après broyage		
Volume micropores (cm³ /g)	E	E ₁₂	E ₅₂	E ₅₄
Ordonné à l'origine (log(Vads))	-5	-4,5	-4,4	-4,4
V_{micropores}(cm³/g)	6,74.10 ⁻³	0,011	0,0122	0,0122

IV.1.3.2.5 Détermination de la distribution poreuse

Les indications globales de caractéristion texturale notamment la surface spécifique, le volume poreux et le rayon moyen des pores sont insuffisantes pour une description complète de la texture du solide. Il est souvent plus intéressant de connaitre la manière dont la surface et le volume poreux se répartissent entre les différents rayon.Cette étude (volume et surface cumulés des pores, répartition des surfaces et des volumes des pores, le diamètre des pores) a été réalisée par la méthode BJH qui consiste à analyser pas à pas l'isotherme d'adsorption ou de désorption de l'azote à 77,35 K.

Les courbes de répartition des volumes et des surfaces des pores correspondantes aux trois adsorbants le phosphate noir après broyage sec comme (E_{12} , E_{52} , E_{54}) en utilisant l'isotherme d'adsorption, sont tracées sur les figures IV.52 à IV.54 .

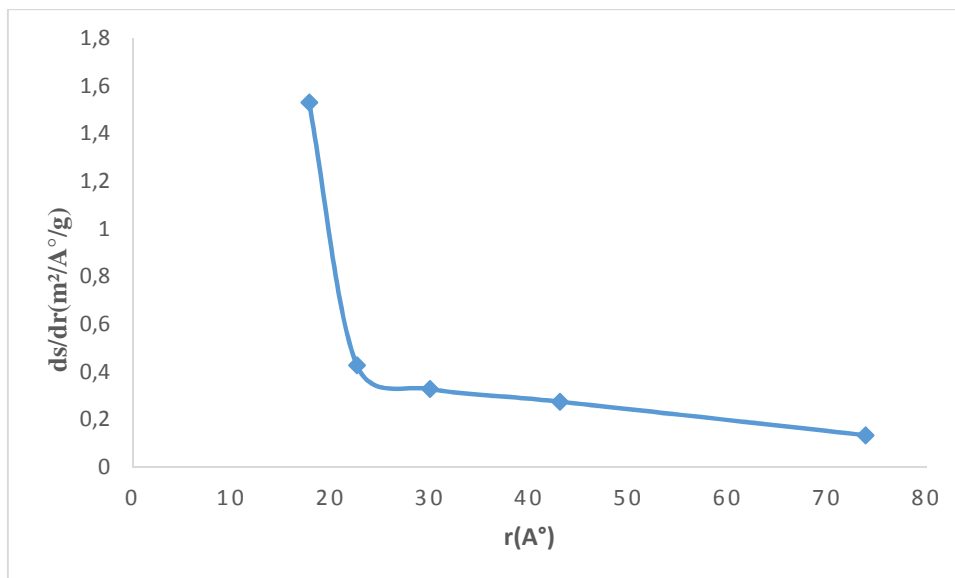


Figure IV.52 : Rpartition de la surface des pores de l'échantillon (12) en adsorption (méthtode BJH).

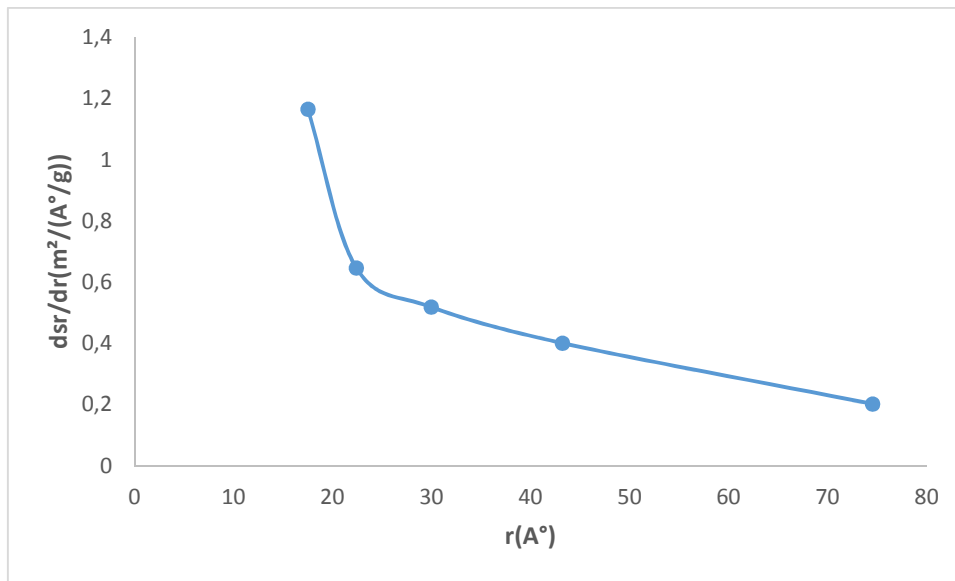


Figure IV.53 : Répartition de la surface des pores de l'échantillon (52) en adsorption (méthode BJH).

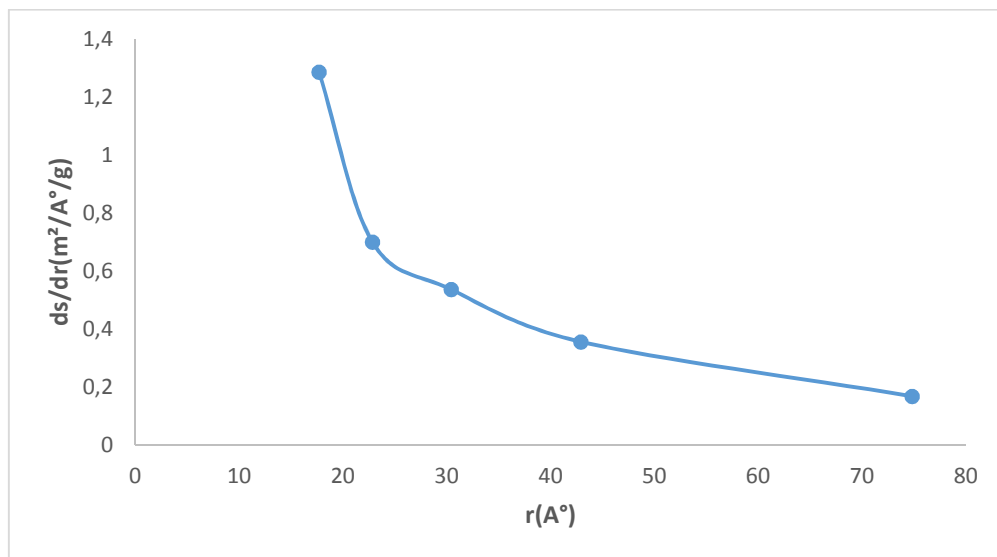


Figure IV.54 : Répartition de la surface des pores de l'échantillon (54) en adsorption (méthode BJH).

L'examen des figures et représentées ci-dessus montre que les courbes représentatives de la répartition des surfaces et des volumes des pores montrent un maximum pour une valeur de rayon de 17,66 \AA pour l'échantillon (E12) après le broyage et 17,46 \AA pour l'échantillon (E52) après le broyage et 17,69 \AA pour l'échantillon (E54) après le broyage. Ceci indiquerait que le diamètre de pores est voisin de 32 \AA pour le phosphate calciné et 36 \AA pour le phosphate brut. Ces tailles de diamètre représentent la famille des méso pores ($2 \text{ nm} < dp < 50 \text{ nm}$) [25].

Tableau IV.14 : Caractérisation des pores de phosphate noir après le broyage.

Adsorbat	E12	E52	E54
Volume cumulé des pores en adsorption V_{cum} (cc/g)	0,092	0,121	0,119
Volume poreux total V_{tot} (cc/g)	56,3526	98,7295	74,0432
Surface cumulée des pores en adsorption S_{cum} (m ² /g)	21,996	29,030	28,018
S_{BET} (m ² /g)	22,3	26,597	25,415
Diamètre moyen des pores par BET ($4V_{tot}/S_{BET}$) (Å)	10,108	14,848	11,653

D'après Ces résultats, une étude comparative entre la surface spécifique BET (S_{BET}) et la surface cumulée obtenue par la méthode BJH (S_{cum}) peut nous fournir certaines indications supplémentaires sur la forme des pores présents dans les deux types de matériaux :

- Cas de phosphate noir après le broyage (E₁₂): $S_{cum} < S_{BET}$, les pores contiennent de nombreuses cavités sphéroïdales. De plus, différence importante peut être due à la présence de micropores dans le solide.
- Cas de phosphate noir après le broyage (E₅₂): $S_{cum} > S_{BET}$, les pores peuvent être cylindriques fermés à une extrémité, ou être ouverts aux deux extrémités et posséder des parties de section importante séparées par des étranglements ; ils peuvent également être en forme de bouteille.
- Cas de phosphate noir après le broyage (E₅₄): $S_{cum} > S_{BET}$, les pores peuvent être cylindriques fermés à une extrémité, ou être ouverts aux deux extrémités et posséder des parties de section importante séparées par des étranglements ; ils peuvent également être en forme de bouteille.

Conclusion Générale

CONCLUSION GENERALE

Ce travail s'insère dans une thématique de recherche centrée sur la fragmentation d'un matériau en voie sèche et la para métrisation (temps de séjours des particules dans le broyeur, vitesse de l'appareil) de ce procédés dans un broyeur à disque type pulvérisette 9. Le matériau étudié est le minerai de phosphate noir de gisement de Kef es sennoun de la mine de Djebel Onk (Tébessa).

L'objectif de cette étude, était d'apporter des éléments de reponse dans la compréhension des mécanismes intervenant lors de broyage pour l'obtention d'une poudre de phosphate de qualité on effectuant des circuits de tamisage – broyage pour chaque paramètre expérimentale.

Les analyses granulométriques moyennes des essais effectués ont servi de base pour la détermination de l'aire de la courbe granulométrique, les caractéristiques et les coefficients granulaires en première lieux, ensuite l'exploitation des différents résultats pour le calcul des énergies consommées pour la fragmentation de type de minerai, les coefficients énergétiques ainsi que l'aptitude à la broyabilité ou la grindabilité.

Néanmoins, ce travail n'est qu'une première étape dans l'élaboration d'une poudre de qualité, d'autre travaux sont encore nécessaires afin de mieux comprendre les différents mécanismes de la fragmentation fine et grossier.

Critère temps et vitesse de broyage :

✓ On conclut, que le temps de 5 à 10 min peut être choisi comme le temps optimal de broyage dans un broyeur à disque pour un % en masse de passant le plus élevé. Cependant, le temps de broyage peut influencer les caractéristiques granulaires de minerai.

✓ L'aire de la courbe cumulatif passant de produit est au-dessus de l'aire cumulatif de passant d'alimentation (présenté par la diagonale). Ceci signifie qu'il y a broyage. En effet, l'aire entre les courbe et la diagonale est de plus en plus important que le temps de broyage est petit, jusqu'à ce qu'on enregistre une aire maximale pour un temps de broyage de 5 et 10 mn et cela la pour la plus faible vitesse de broyage de 600 tr/min.

✓ La courbe de la figure IV.21 montre que l'ordre de disposition des courbes de % passant de produit en fonction de % passant de l'alimentation à 700 tr/min a varié tout en gardant pratiquement la même aire entre la courbe et la diagonale.

✓ Contrairement aux figures précédentes, les courbes des figures IV.22, IV.23 et IV.24 montrent une différence dans la disposition des graphes principalement pour le temps plus élevé de broyage. Cette différence est observée par le déplacement au-dessous de la diagonale d'une partie de graphe, ce qui est expliqué probablement par l'agglomération des particules fines cohésives qui augmente en fonction de leur temps de séjour dans le broyeur.

✓ Il ressort des résultats des diamètres caractéristiques de la granulométrie et le rapport de réduction pour chaque paramètre de broyage de minerai, que le rapport de réduction optimale 17,21 est obtenu pour un temps de séjour dans le broyeur de 5 et 10 min fonctionnant à une vitesse de 600 tr/mn.

✓ Il ressort des résultats des coefficients granulaires calculées en fonction du temps de broyage à différentes vitesses que :

La granulométrie est serrée et bien répartie après 5 min de broyage à une vitesse de 600 (tr/min). Au-delà de 10 de broyage, une mauvaise répartition et graduation des grains apparaissent par diminution de C_u à moins de 2,5 donc on a un écrasement des particules avec l'augmentation de temps, et probablement cette perturbation est liée à la forte agglomération des grains entre eux qui forment des particules assez cohésives.

- La granulométrie est toujours uniforme après le broyage et bien répartie et modérée
- L'uniformité des particules prépondérante des particules fines presque.
- uniformité et une continuité mal répartie après broyage avec des vitesses élevées 900 et 1000 tr/min, provoquées par la forte déformation et cassure des particules.

✓ Il ressort des résultats d'énergie consommée en fonction du temps et de la vitesse de broyage que :

✓ Que la variation de l'énergie est pratiquement linéaire en fonction de la vitesse et la pente augmente légèrement par augmentation du temps. Ceci est confirmé par les équations de droites présentant la variation de l'énergie consommée (E en kWh/kg) en fonction de la vitesse de broyage V (tr/mn) en fonction du temps de séjour de minerai dans le broyeur.

- ✓ la pente la plus faible (plus faible valeur de l'énergie) est obtenue après 5 min de broyage et cette énergie reste pratiquement constante (1.582 kwh/kg).
- ✓ l'augmentation de l'énergie consommée en fonction de temps de séjours des particules dans le broyeur et en fonction la vitesse de fonctionnement de ce dernier.
- ✓ Au vue de ces résultats, on conclut que la surface spécifique des poudres obtenues varie en fonction du temps et de la vitesse de broyage.

Les résultats de l'analyse granulométrique nous a permis encore de caractériser la granulométrie de minerai et d'étudier l'influence des paramètres de broyage (temps et vitesse) sur les diamètres équivalents en volume, en surface volumique ainsi que sur la variation de la surface spécifique des poudres obtenues, on conclut que :

- La surface spécifique des poudres obtenues varie en fonction du temps et de la vitesse de broyage. En effet, la différence de la surface spécifique avant et après broyage est maximale de 14420 m^{-1} pour une vitesse de broyage de 600 tr/min durant 10 min.
 - En revanche, à la vitesse maximale opérée (1000 tr/min), on enregistre une plus faible variation de surface spécifique quel que soit le temps de broyage, ce qui probablement due au colmatage et/ou le ré agglomération des particules fines.
-
- ✓ On conclut d'après Les résultats du coefficient énergétique η et la broyabilité où grindabilité Gr après le broyage pour différents temps et vitesse de broyage que :
 - ✓ la broyabilité et le coefficient énergétique varient en fonction du temps et de la vitesse de broyage.
 - ✓ La broyabilité atteint sa valeur maximale de 1.56 kwh/kg avec un coefficient énergétique le plus élevé 7535 ($\text{kg.m}^{-1}/\text{kwh}$) correspondant à une énergie plus faible de 1.45 kwh/kg après 5 minute de broyage à une vitesse de 600 tr/mn .
-
- ✓ les minéraux suivants : Carbonate fluorapatite, Carbonate hydroxylapatite, Fluorapatite et Hydroxylapatite , comme principaux minéraux majoritaires avant le broyage (phosphate brut) accompagnés par les phase minéralogiques de la Dolomite, Calcite, Quartz, Montmorillonite et Illite comme des élément de la gangue à avec des intensités plus au moins faibles.
 - ✓ la libération des principaux minéraux présentant les particules apatitiques (l'hydroxyl apatite, fluorapatite, carbonate fluorapatite, après broyage aux conditions optimale déterminées précédemment($V=600 \text{ tr/mn}$, $t=5 \text{ min}$)

la vitesse maximale de broyage ($v=1000$ tr/mn) avec une durée de séjours maximale opérée ($t=20$ mn) le diffractogramme devient plus complexe formant ainsi des pics d'intensité plus faibles et superposés ce qui confirme la destruction des différentes particules constituant les phases minéralogiques présentes dans le minerai et/ou l'agglomération des microfines

*Références
bibliographiques*

[01] : **Bouchaib SEMLALI**, « Caractérisation et modélisation spatiale de la broyabilité des massifs rocheux : cas de la mine Troillus », faculté des sciences et génie Université Laval Québec.1999

[02] : **Mezghache, H. (1991)** .Détermination, localisation et estimation globales des différents types de minerais de phosphate dans le gisement de Kef Es – Snnoun, Djebel Onk, Algérie.

Rapport E.N.FERPHOS, 42p.

[03] : **N. Malek née Benabdeslam**, Influence de la matière organique de phosphate noir de Djebel Onk (Tébessa – Algérie) sur le procédé de traitement, Thèse doctorat, Université de Béjaia, 2007.

[04] : **N.Malek née Benabdeslam. N**, Influence de la composition et minéralogique du phosphate noir de Djebel Onk (Tébessa) sur le procédé de traitement, Mémoire magister, Université de Bejaia, 2001.

[05] : **M. Slansky**, Géologie des phosphates, Mémoire du BRGM. Université Laval Québec, 1988.

[06]: **A. Subramani**, « Adsorption of organique pollutants onto naturel adsorbents », Thesis of Master, University of Mississippi Stat, (2002).

[07]: **IF. Gaunt, p. Grasso IS. Kiss, S.D.** Gangolli, Food Cosmet. Toxicol. 7(1969) 17-24.

[08] : **L, MOSTEFAOUL**, L'évaluation des réserves globales du phosphate de Djebel Onk nord les méthodes géostatiques I. S. T .Université d'Annaba, 1997.

[09] : **N.Bezzi**. " Gestion de la qualité et valorisation des minerais de phosphate de Bled El Hadba Djebel-Onk(Tébessa)". Thèse de Doctorat. Université Farhat Abbas-Sétif, (2005).

[10] : **FERPOS**. Etude de développement du gisement de phosphate de Djebel Onk (Algérie). Rapport d'expertisegéologique, (1993).

[11]:**H.Mezghache,A.Toubla and T.Bouima**. Typology of phosphate Ores in Deposits of the DjebelOnkMinging Basin (Eastern Algeria). Phosphate Research Bulletin. 15 (2004)520.

[12] : **BRGM/SONERMINES**, Etude du développement du gisement phosphate de Kef Es Sennoune, Rapport, 1978.

[13] : **pierre blazy et el-aidjdid**, « Technique de l'Ingénieur », Technologie de Fragmentation, A 5 060 – 5.

[14] : **serge Bouchard**, Livre « Traitement du minerai », Le griffon d'argile 1 février 2007 ,622.1 /14.4

[15] :**HIROSHI MOI, JUNYA KANO, FOMIO SAITO KANEKO** , « Effects of rotational direction and rotation – to – revolution speed ratio in planetary ballmilling » , 5 April and 13 June 2001, 1 A332 (2002) 75 – 80.

[16] :**S. Andrews Goldfields**, « Procédés minéralurgique » ; l'université libre d'Amsterdam (2006).

[17] : **Klimpel et al**, 1982 ; **Napier-Munnet al** 1996 ; **Shi**, Système d'exploitation , conception et mise en oeuvre (1994).

[18] : **Delta labo** « FRITSCH concasseur à mâchoires et broyeurs à disques » (2012)

[19] : **Jean – Marie Hausonne, James L. Barton, Paul Bowen et Claude Paul Bowen et Claude Paul Carry et verre** ; Principe et technique et d'élaboration des verres et des céramique, Traité des matériaux, ISBN 2- 88074- 605-1, Edition presse polytechnique et universitaires romandes, 2005].

[20] : **Z.Elodie**, « Traitement des polluants organiques en milieu aqueux par procédé d'oxydation avancée » Thèse de Doctorat, l'université de Marne-La-Vallée, France, (2004).

[21] : **F. ROUQUEROL, L. LUCIANI, P. LLEWELLYN, R. DENOYEL ET J.ROUQUEROL**, « Texture des matériaux pulvérulents ou poreux », Technique de l'ingénieur P 1050.

[22] :**A. LECLOUX**, « Exploitation des isothermes d'adsorption et de désorption d'azote pour l'étude de la texture des solide poreux », Mémoire Société Royale des Sciences de Liège, 6ème série, tome I, Fasc. 4(1971) 169-209.

[23] : **J. CHARPIN, B .RASNEUR**, « Master des surfaces spécifiques », Technique de l'ingénieur P 1045 (1982).

[24] : **S.KORICHI, A.ELIAS, A.MEFTI**, «Chracterization of smectite after acid activation with microwave irradiation», Applied Clay Science 42 (2009) 432-438

[25] : **.A.Bensaoud**, , Thèse de l'Université Mohammed V, Faculté des sciences de Rabat, Maroc, (2000).

Annexes

Annexe 02

Tableau IV.1 :Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon de témoin avant le broyage. $m_i = 100g$, le temps de tamisage $t = 30mn$, amplitude= 2

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	19,82	20,08	20,08	79,92
2	8,10	8,20	28,28	71,72
1,4	3,62	3,66	31,94	68,06
0,71	5,46	5,53	37,47	62,53
0,5	4,42	4,47	41,94	58,06
0,355	9,53	9,65	51,59	48,41
0,250	14,55	14,74	66,33	33,67
0,180	17,15	17,37	83,70	16,30
0,125	7,70	7,80	91,50	8,50
< 0,125	8,34	8,45	100	0
Masse totale	98,69	100	/	/

Tableau IV.2 :Résultat Analyse granulométrique des échantillons E_{11} après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, $m_i = 93,05g$).

Ouvertures des tamis (mm)	Masse refus en (g)	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,09	0,09	0,09	99,91
2	0,85	0,93	1,02	98,98
1,4	1,38	1,51	2,53	97,47
0,71	0,58	0,63	3,16	96,84
0,5	0,84	0,92	4,08	95,92
0,355	0,98	1,07	5,15	94,85
0,250	3,99	4,37	9,52	90,48
0,180	36,41	39,91	49,43	50,57
0,125	31,28	34,29	83,72	16,28
< 0,125	14,81	16,23	100	0
Masse totale	91,21	100	/	/

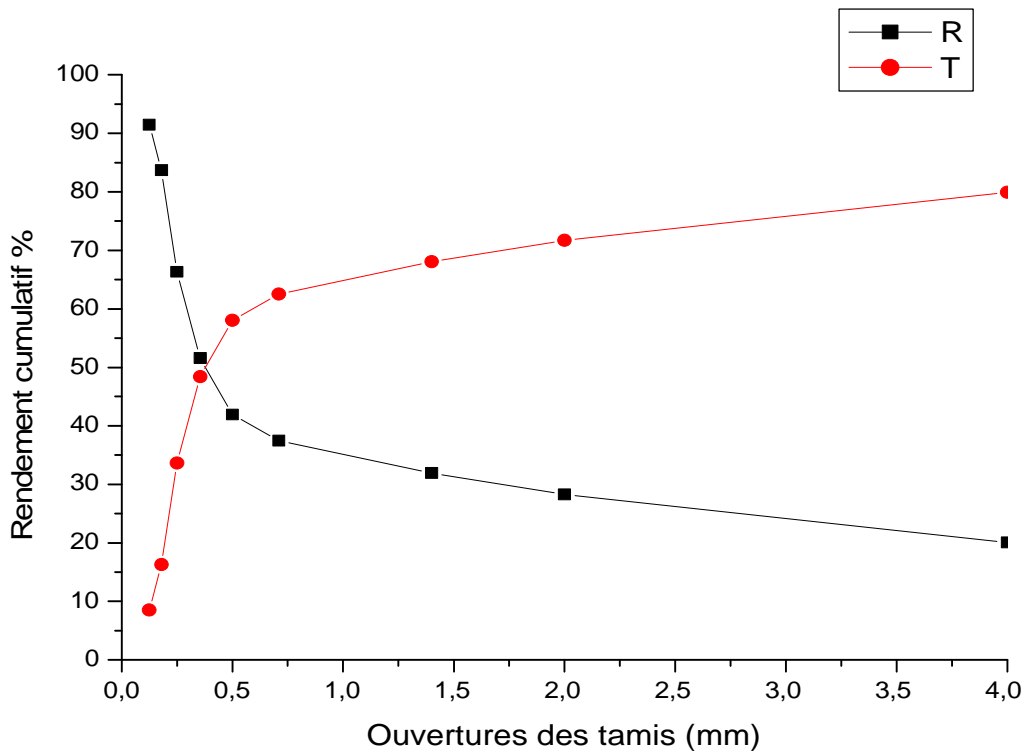


Figure IV.1 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis de témoin 1 (E_T)

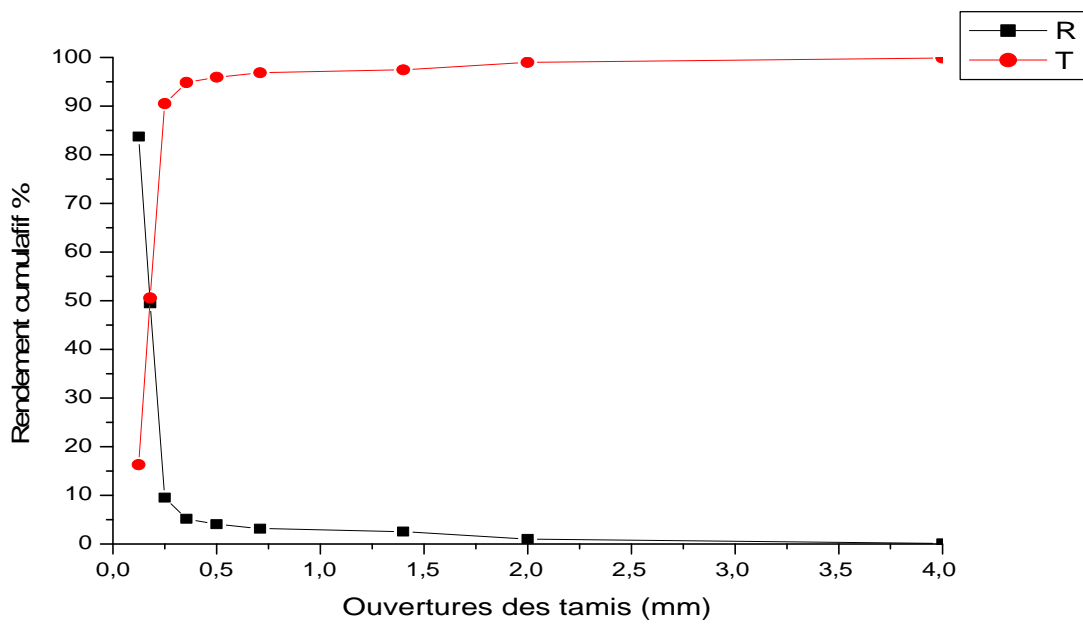


Figure IV.2 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E_{11})

Tableau IV.3 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₁₂ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 95,61 g).

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0	0	0	100
2	0,23	0,24	0,24	99,76
1,4	0,47	0,50	0,74	99,26
0,71	0,57	0,60	1,34	98,66
0,5	1,2	1,28	2,62	97,38
0,355	2,13	2,27	4,89	95,11
0,250	3,83	4,09	8,98	91,02
0,180	43,43	46,41	55,39	44,61
0,125	22,57	24,12	79,51	20,49
< 0,125	19,14	20,45	100	0
Masse totale	93,57	100	/	/

Tableau IV.4 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₁₃ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 96,32 g)

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0	0	0	100
2	0,50	0,52	0,52	99,48
1,4	2,29	2,40	2,92	97,08
0,71	1,24	1,30	4,22	95,78
0,5	2,28	2,39	6,61	93,39
0,355	3,79	3,98	10,59	89,41
0,250	8,77	9,21	19,80	80,20
0,180	31,09	32,66	52,46	47,54
0,125	17,74	18,64	71,10	28,90
< 0,125	27,47	28,86	100	0
Masse totale	95,17	100	/	/

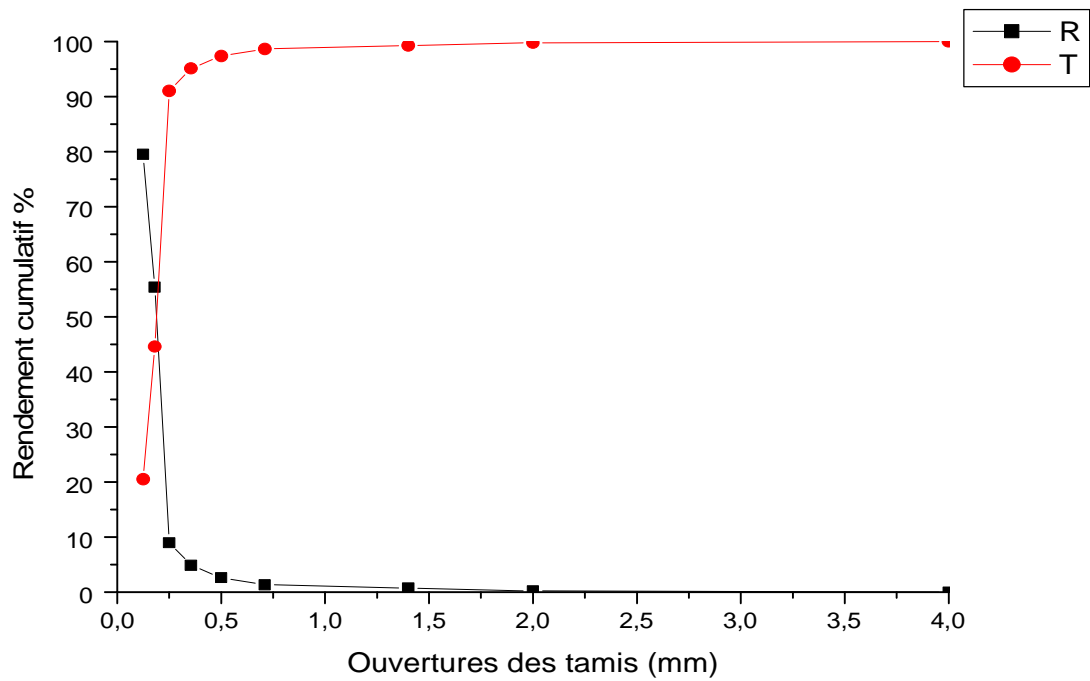


Figure IV.3 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₁₂)

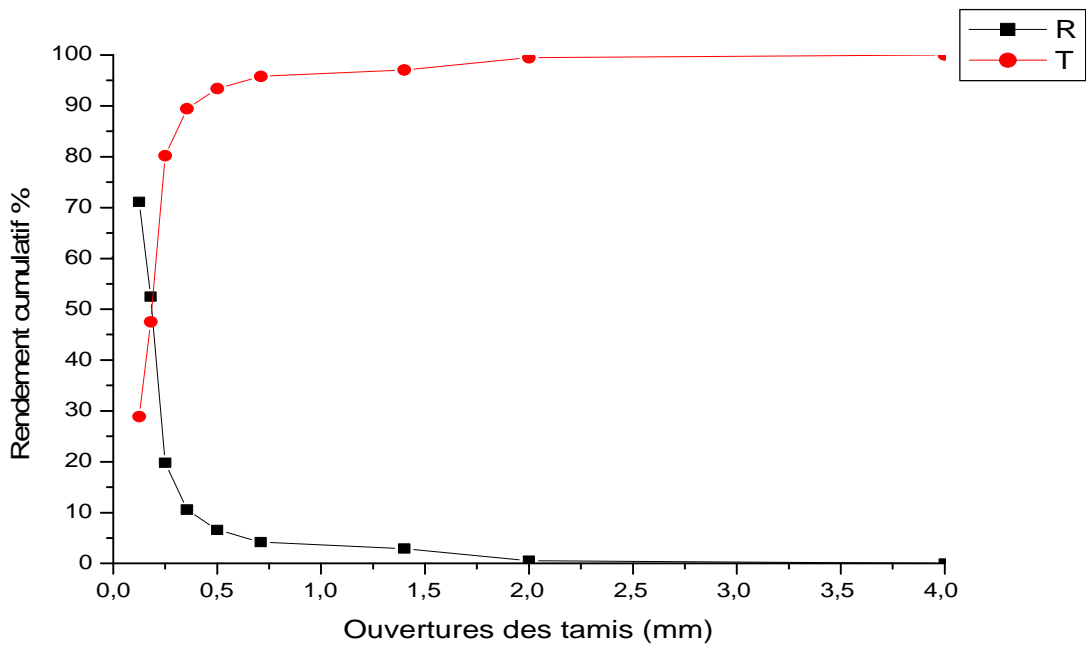


Figure IV.4 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₁₃)

TableauIV.5 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₁₄ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 98,30g).

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,06	0,06	0,06	99,94
2	0,98	1,02	1,08	98,92
1,4	3,06	3,20	4,28	95,72
0,71	1,19	1,24	5,52	94,48
0,5	1,92	2,00	7,52	92,48
0,355	4,69	4,90	12,42	87,58
0,250	17,44	18,25	30,67	69,33
0,180	43,82	45,85	76,52	23,48
0,125	12,54	13,12	89,64	10,36
< 0,125	9,86	10,31	100	0
Masse totale	95,56	100	/	/

TableauIV.6 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₂₁ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 99,04 g).

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,08	0,08	0,08	99,92
2	0,26	0,26	0,34	99,66
1,4	0,20	0,20	0,54	99,46
0,71	0,64	0,65	1,19	98,81
0,5	0,92	0,94	2,13	97,87
0,355	3,55	3,64	5,77	94,23
0,250	19,37	19,90	25,67	74,33
0,180	45,43	46,69	72,36	27,64
0,125	10,52	10,81	83,17	16,83
< 0,125	16,33	16,78	100	0
Masse totale	97,3	100	/	/

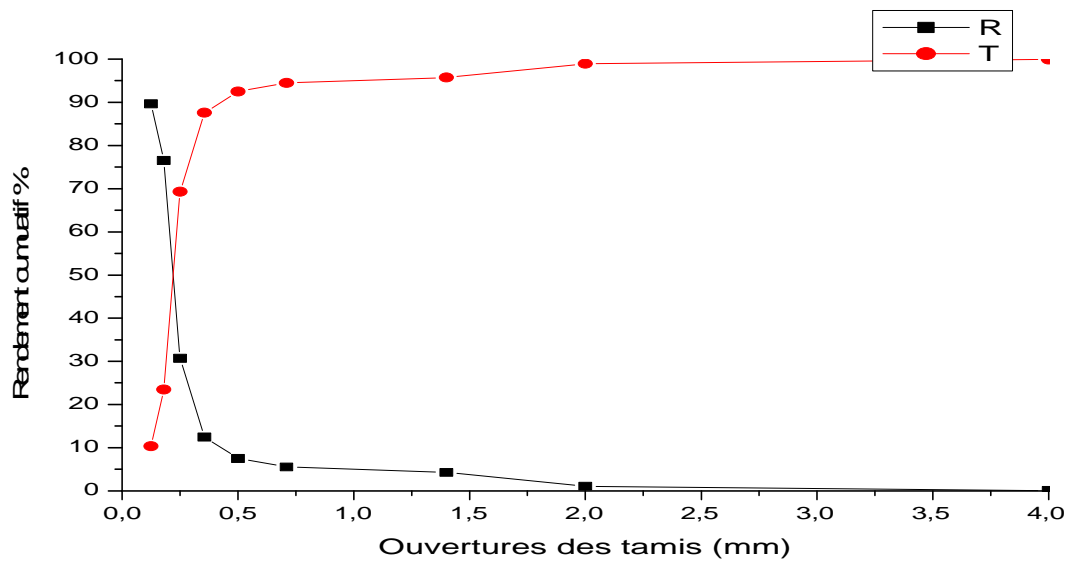


Figure IV.5 :La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₁₄)

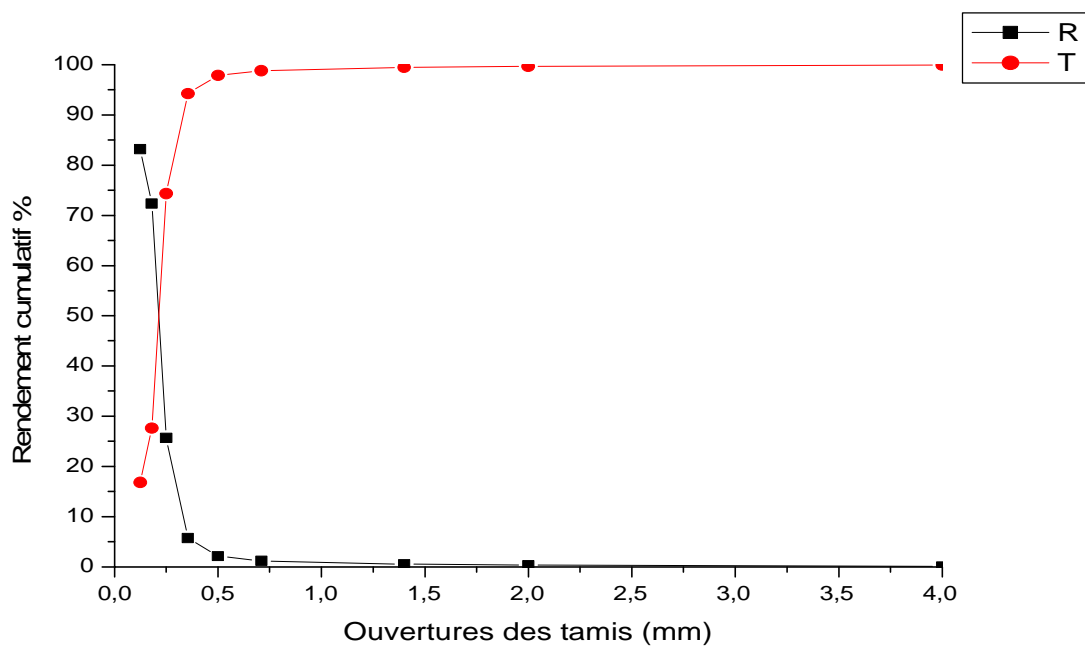


Figure IV.6 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₂₁).

TableauIV.7 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₂₂ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 97,13 g).

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,02	0,02	0,02	99,98
2	0,92	0,97	0,99	99,01
1,4	2,86	3,03	4,02	95,98
0,71	2,72	2,88	6,9	93,1
0,5	1,59	1,68	8,58	91,42
0,355	4,69	4,97	13,55	86,45
0,250	9,00	9,54	23,09	76,91
0,180	44 ,85	47,56	70,65	29,35
0,125	14,24	15,10	85,75	14,25
< 0,125	13,41	14,22	100	0
Masse totale	94,3	100	/	/

TableauIV.8 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₂₃ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 96,84 g).

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,03	0,03	0,03	99 ,97
2	0,22	0,23	0,26	99,74
1,4	0,23	0,24	0,5	99,5
0,71	1,10	1,17	1 ,67	98,33
0,5	1,86	1,98	3,65	96,35
0,355	6,11	6,52	10,17	89,83
0,250	18,20	19,42	29,59	70,41
0,180	49 ,64	52,97	82,56	17,44
0,125	9,54	10,18	92,74	7,26
< 0,125	6,50	6,93	100	0
Masse totale	93,7	100	/	/

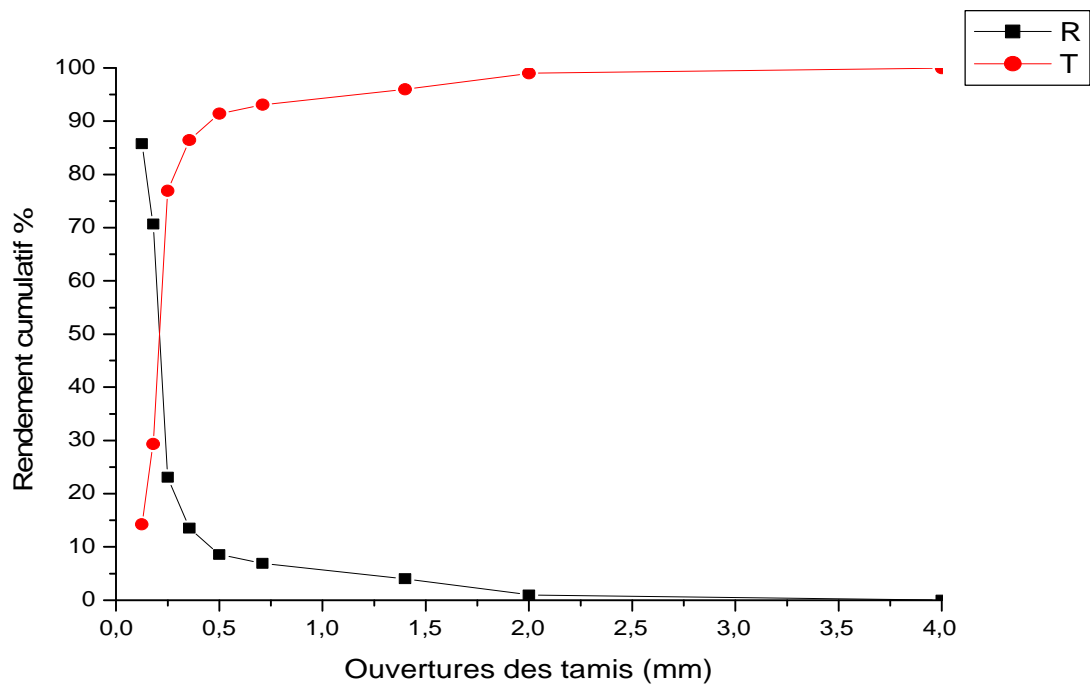


Figure IV.7 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₂₂)

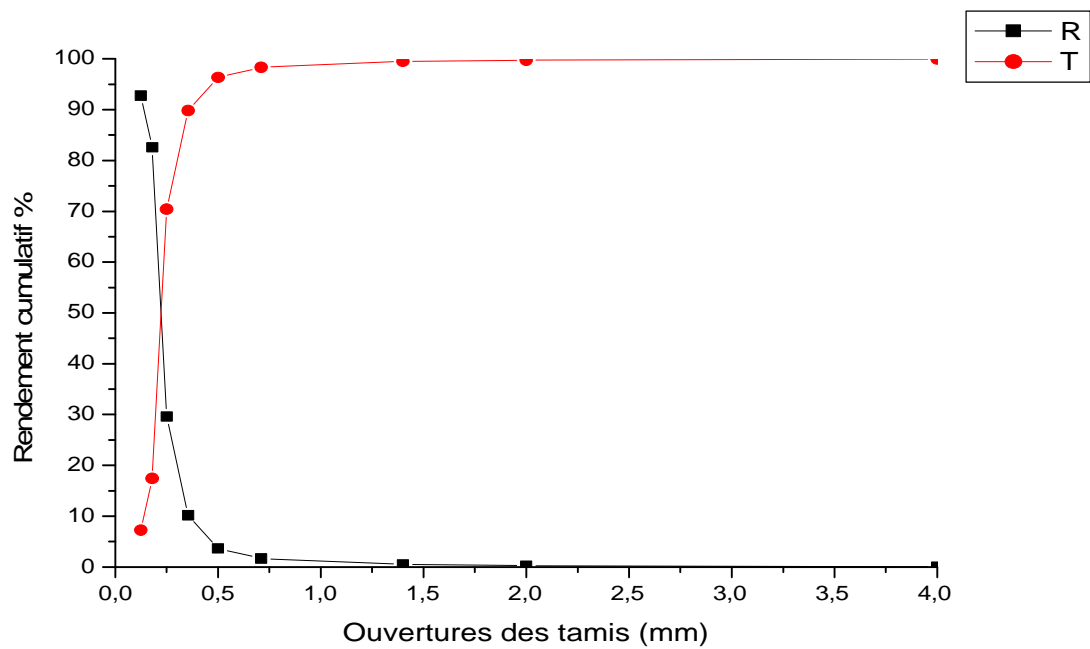


Figure IV.8 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₂₃)

Tableau IV.9 :Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₂₄ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 100,88 g)

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,04	0,04	0,04	99,96
2	0,73	0,75	0,79	99,21
1,4	0,72	0,74	1,53	98,47
0,71	0,76	0,78	2,31	97,69
0,5	2,18	2,25	4,56	95,44
0,355	2,45	2,52	7,08	92,92
0,250	11,32	11,68	18,76	81,24
0,180	35,20	36,33	55,09	44,91
0,125	28,96	29,89	84,98	15,02
< 0,125	14,52	14,98	100	0
Masse totale	96,88	100	/	/

Tableau IV.10 :Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₃₁ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 96,12g)

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,37	0,39	0,39	99,61
2	2,81	2,96	3,35	96,65
1,4	0,62	0,65	4	96
0,71	0,99	1,04	5,04	94,96
0,5	2,41	2,54	7,58	92,42
0,355	5,48	5,78	13,36	86,64
0,250	12,55	13,23	26,59	73,41
0,180	39,41	41,57	68,16	31,84
0,125	23,15	24,41	92,57	7,43
< 0,125	7,01	7,39	100	0
Masse totale	94,80	100	/	/

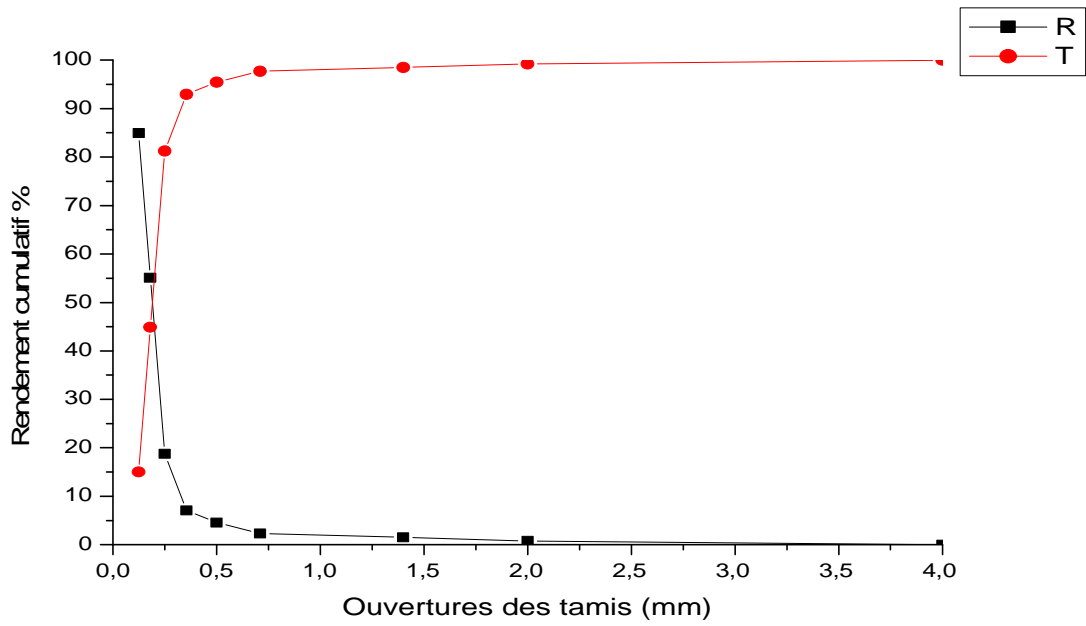


Figure IV.9 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₂₄)

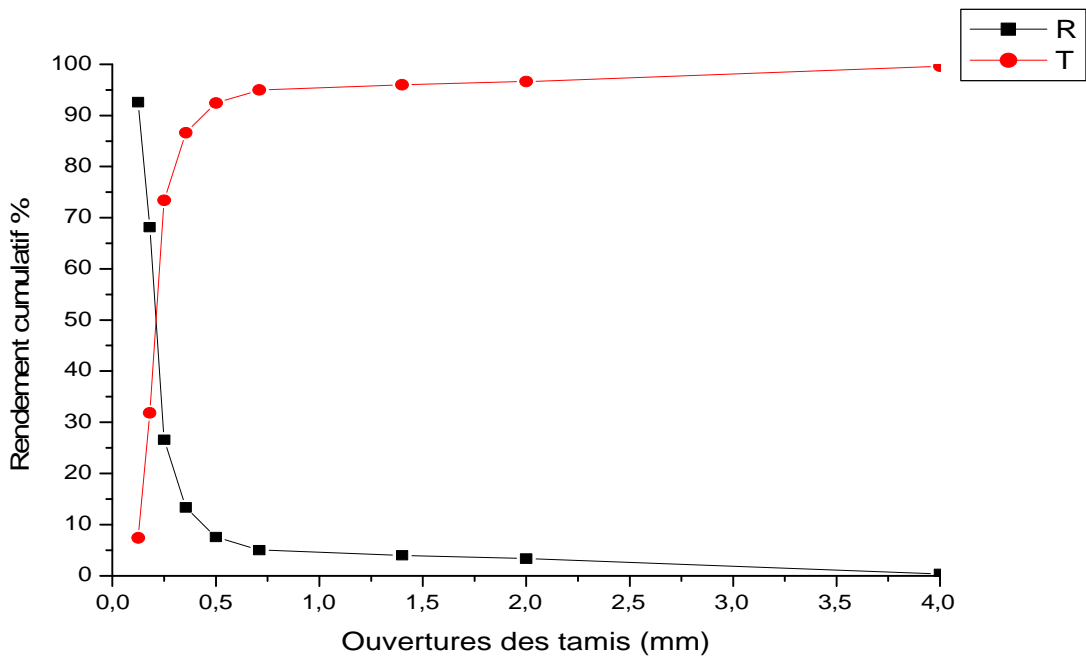


Figure IV.10 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₃₁)

TableauIV.11 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₃₂ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i =97,85g).

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,26	0,27	0,27	99,73
2	4,28	4,46	4,73	95,27
1,4	3,36	3,50	8,23	91,77
0,71	2,15	2,24	10,47	89,53
0,5	3,36	3,50	13,97	86,03
0,355	15,88	16,58	30,55	69,45
0,250	26,66	27,84	58,39	41,61
0,180	34,29	35,81	94,2	5,8
0,125	4,29	4,48	98,68	1,32
< 0,125	1,22	1,27	100	0
Masse totale	95,75	100	/	/

TableauIV.12 :Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₃₃ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 90,42g)

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,21	0,23	0,23	99,77
2	2,33	2,64	2,87	97,13
1,4	0,40	0,45	3,32	96,68
0,71	3,22	3,65	6,97	93,03
0,5	6,33	7,18	14,15	85,85
0,355	19,12	21,69	35,84	64,16
0,250	27,53	31,23	67,07	32,93
0,180	22,02	24,98	92,05	7,95
0,125	5,60	6,35	98,4	1,6
< 0,125	1,38	1,56	100	0
Masse totale	88,14	100	/	/

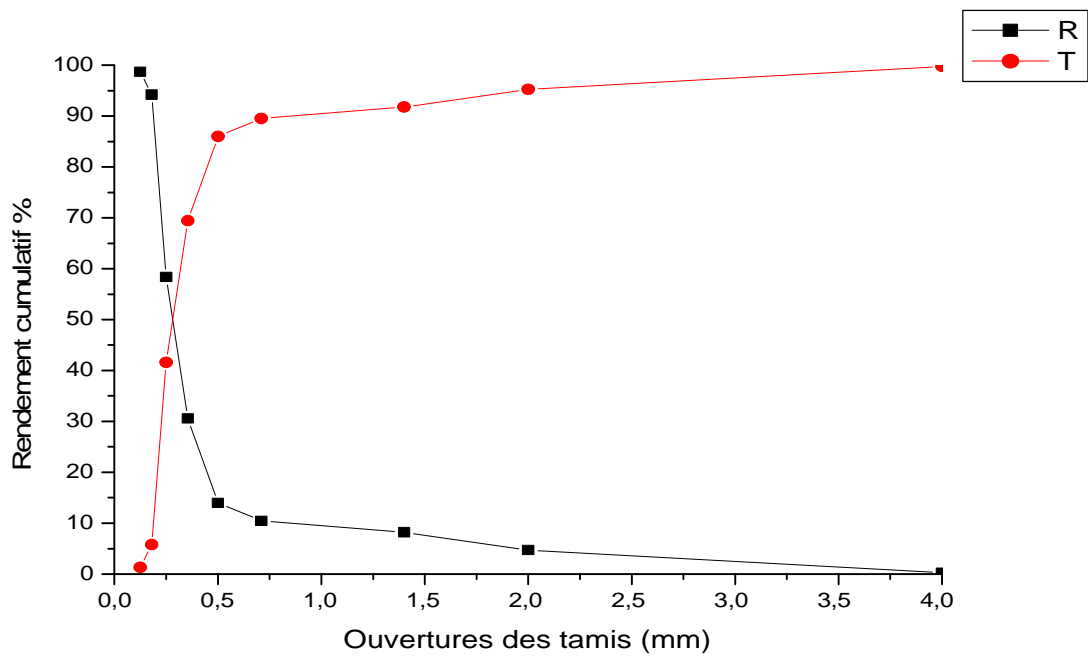


Figure IV.11 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₃₂)

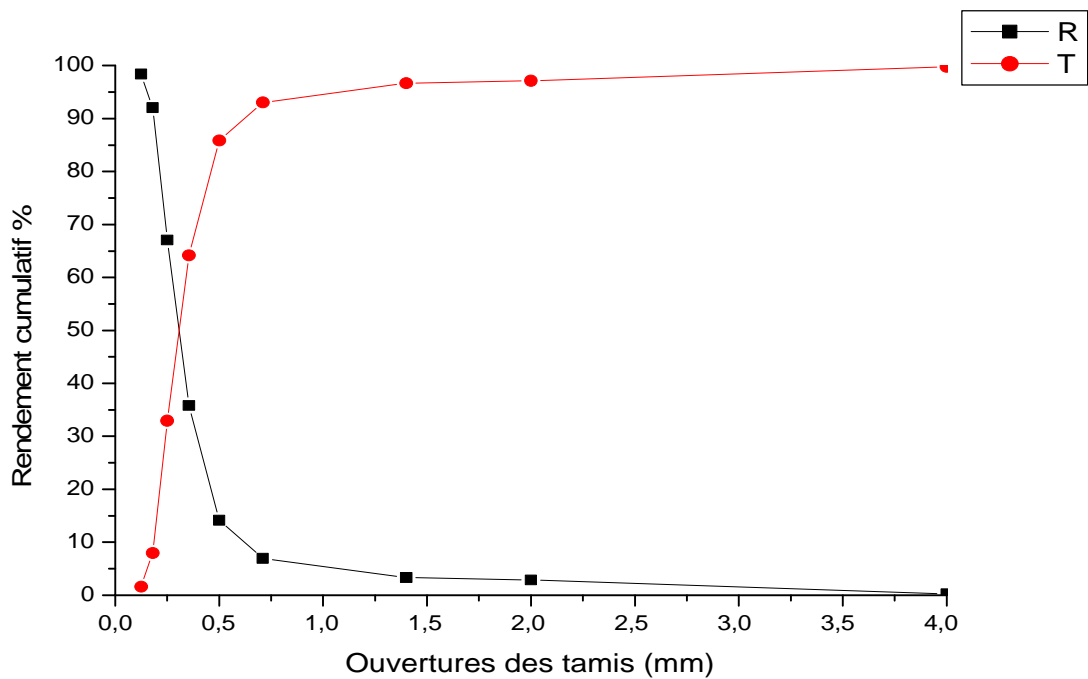


Figure IV.12 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₃₃)

TableauIV.13 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₃₄ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i =96,04g)

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,35	0,37	0,37	99,63
2	1,53	1,63	2	98
1,4	2,14	2,28	4,28	95,72
0,71	1,36	1,45	5,73	94,27
0,5	1,83	1,95	7,68	92,32
0,355	3,77	4,02	11,7	88,3
0,250	4,41	4,71	16,41	83,59
0,180	15,09	16,12	32,53	67,47
0,125	46,05	49,21	81,74	18,26
< 0,125	17,04	18,21	100	0
Masse totale	93,57	100	/	/

TableauIV.14 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₄₁ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i =98,89g).

Ouvertures des tamis (mm)	Masse des refus en (g)	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,06	0,06	0 ,06	99,94
2	0 ,98	1,02	1,08	98,92
1,4	3,06	3,20	4,28	95,72
0,71	1,19	1,24	5,52	94,48
0,5	1,92	2,00	7,52	92,48
0,355	4,69	4,90	12 ,42	87,58
0,250	17,44	18,25	30,67	69,33
0,180	43,82	45,85	76,52	23,48
0,125	12,54	13,12	89,64	10,36
< 0,125	9,86	10,31	100	0
Masse totale	95,56	100	/	/

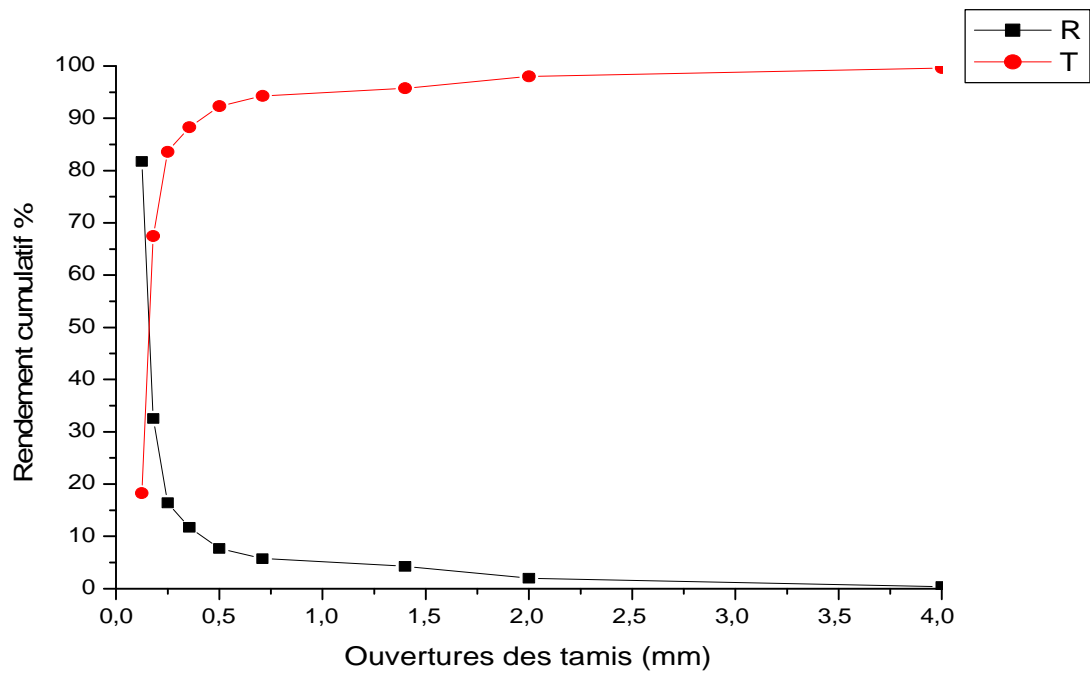


Figure IV.13 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₃₄)

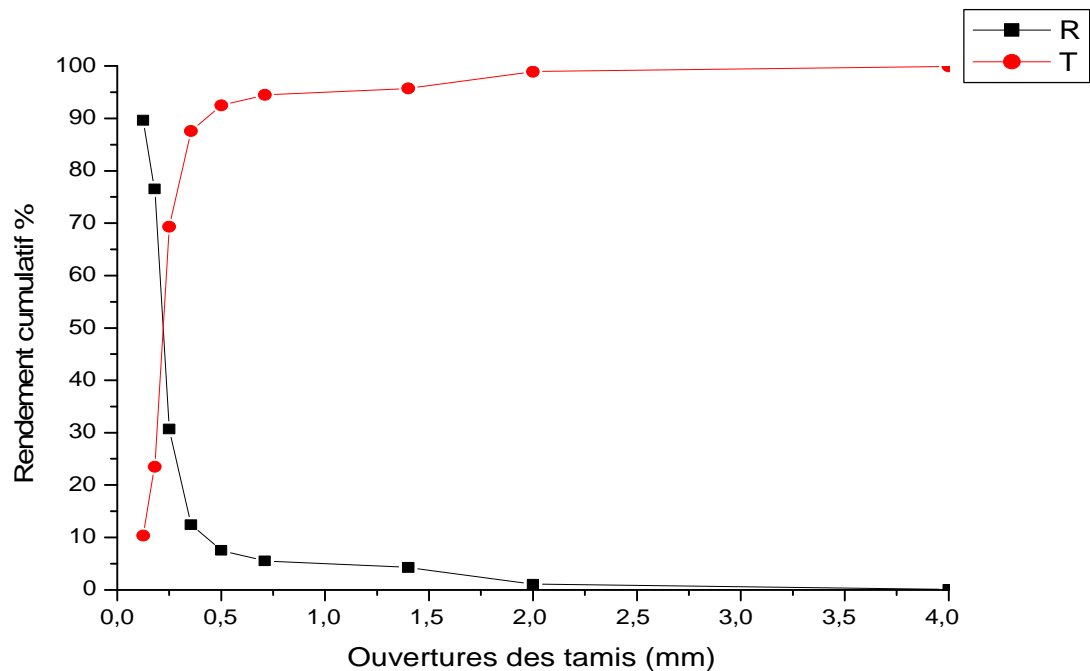


Figure IV.14 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₄₁)

TableauIV.15 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₄₂ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 97,99g)

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,10	0,10	0,10	99,9
2	4,38	4,56	4,56	95,44
1,4	6,17	6,42	11,08	88,92
0,71	1,78	1,85	12,93	87,07
0,5	1,48	1,54	14,47	85,53
0,355	1,76	1,83	16,3	83,7
0,250	3,82	3,97	20,27	79,73
0,180	10,74	11,18	31,45	68,55
0,125	43,04	44,83	76,28	23,72
< 0,125	22,72	23,66	100	0
Masse totale	95,99	100	/	/

TableauIV.16 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₄₃ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 98,68 g).

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,04	0,04	0,04	99,96
2	2,49	2,54	2,58	97,42
1,4	3,36	3,44	6,02	93,98
0,71	4,11	4,20	10,22	89,78
0,5	8,11	8,30	18,52	81,48
0,355	25,45	26,06	44,58	55,42
0,250	29,22	29,92	74,5	25,5
0,180	20,15	20,63	95,13	4,87
0,125	3,59	3,67	98,8	1,2
< 0,125	1,13	1,15	100	0
Masse totale	97,65	100	/	/

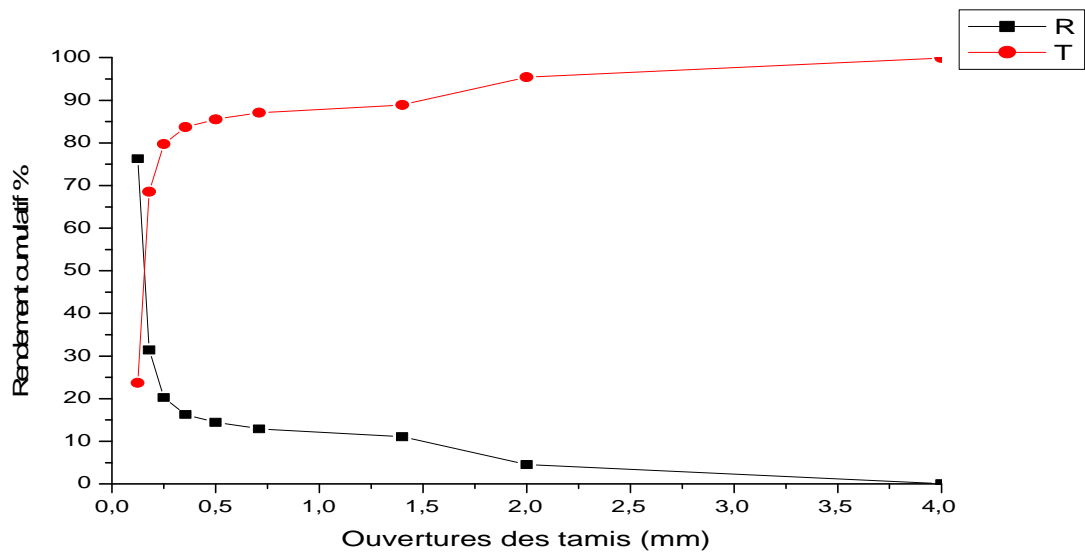


Figure IV.15 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₄₂)

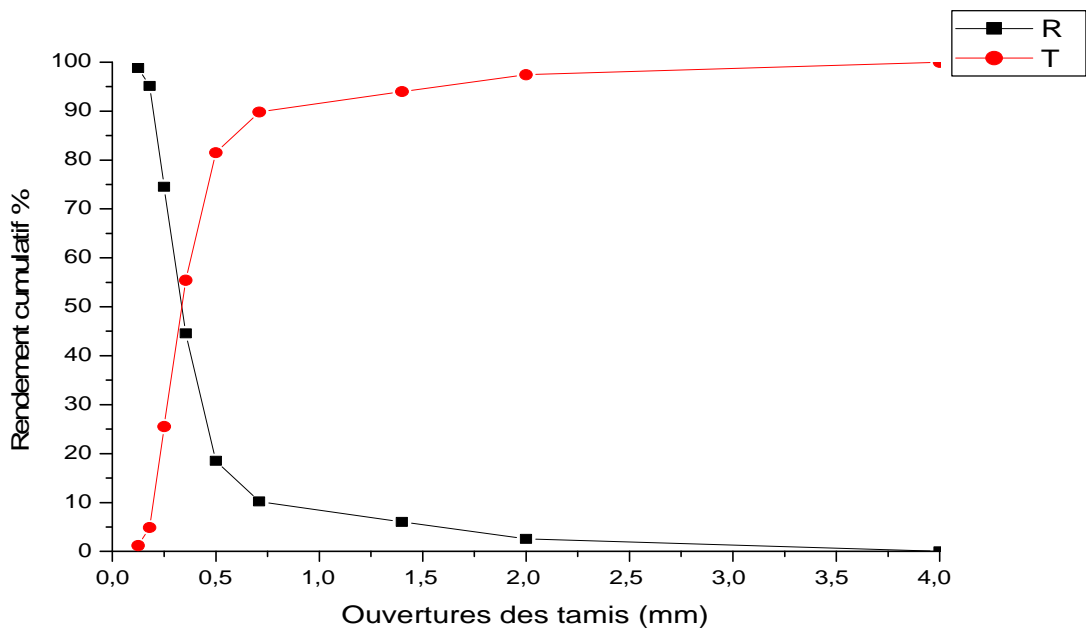


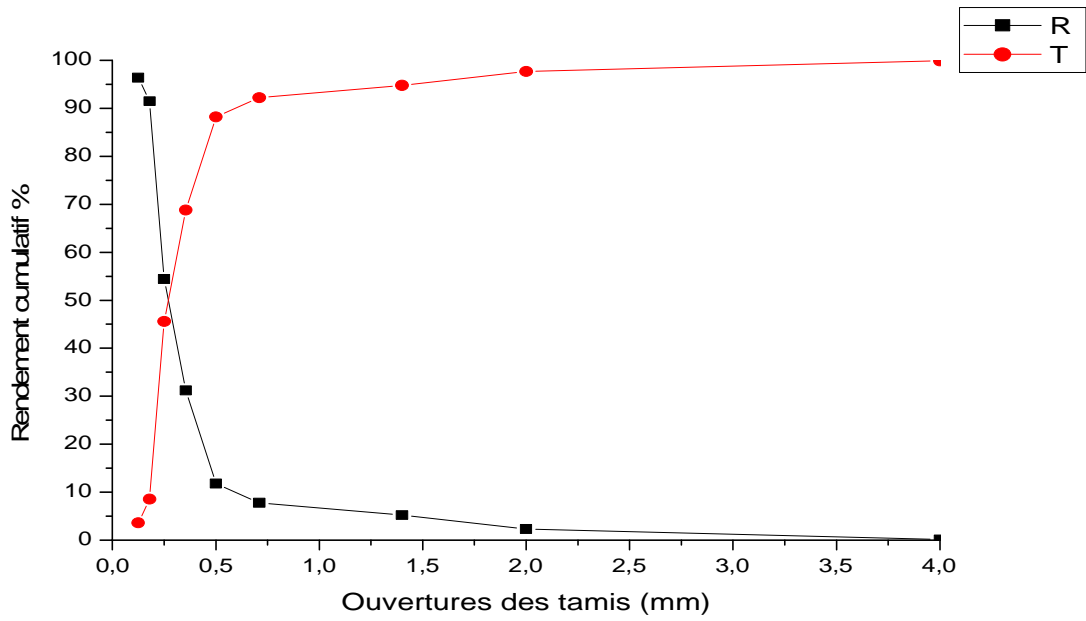
Figure IV.16 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₄₃)

TableauIV.17 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₄₄ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 97,21g)

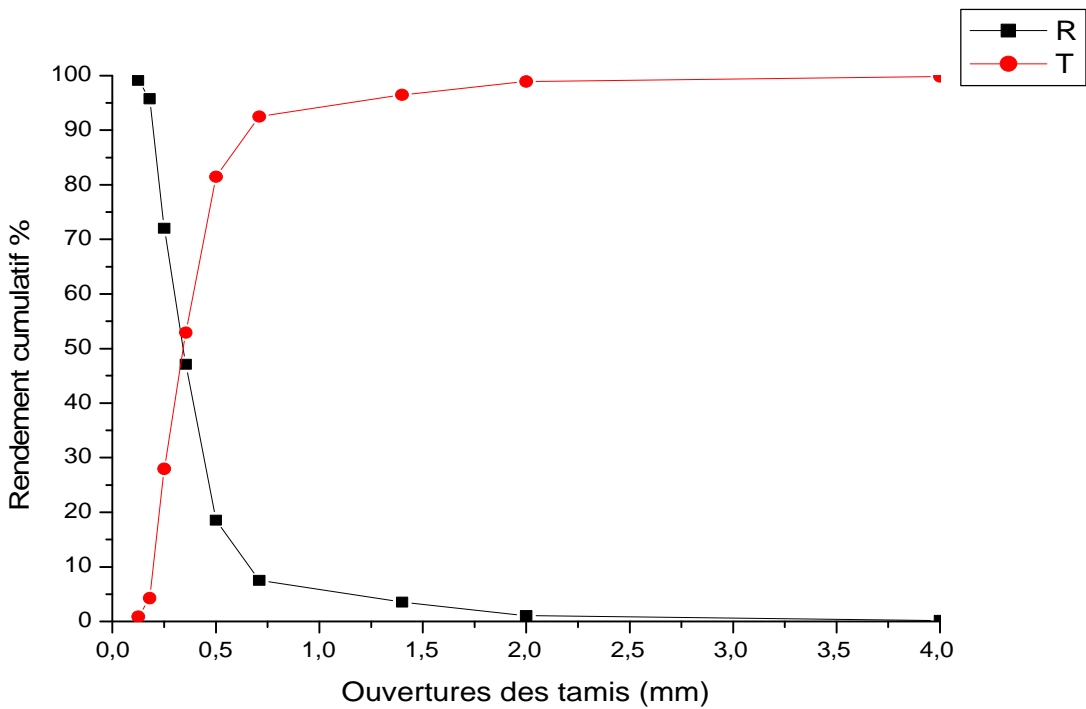
Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,08	0,08	0,08	99,92
2	2,14	2,24	2,32	97,68
1,4	2,76	2,89	5,21	94,79
0,71	2,42	2,53	7,74	92,26
0,5	3,83	4,01	11,75	88,25
0,355	18,55	19,44	31,19	68,81
0,250	22,14	23,21	54,4	45,6
0,180	35,37	37,08	91,48	8,52
0,125	4,69	4,91	96,39	3,61
< 0,125	3,40	3,56	100	0
Masse totale	95,38	100	/	/

TableauIV.18 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₅₁ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 97,53g)

Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,18	0,18	0,18	99,82
2	0,88	0,91	1,09	98,91
1,4	2,36	2,45	3,54	96,46
0,71	3,82	3,97	7,51	92,49
0,5	10,63	11,04	18,55	81,45
0,355	27,47	28,55	47,1	52,9
0,250	24,00	24,94	72,04	27,96
0,180	22,80	23,70	95,74	4,26
0,125	3,25	3,37	99,11	0,89
< 0,125	0,81	0,84	100	0
Masse totale	96,2	100	/	/



FigureIV.17 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₄₄)



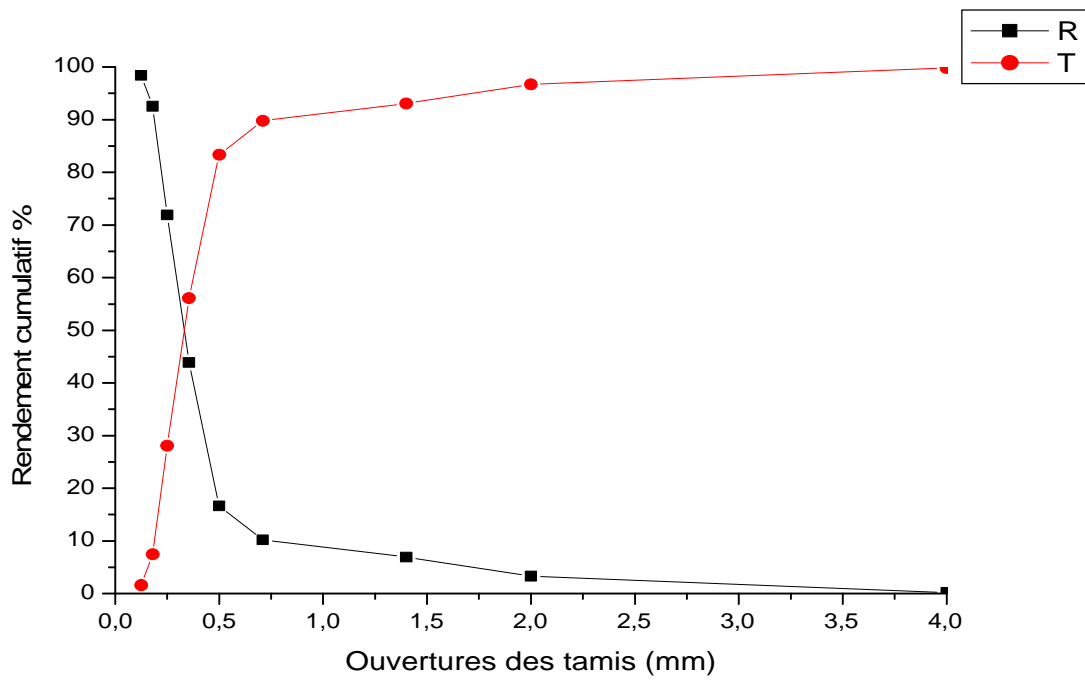
FigureIV.18 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₅₁)

TableauIV.19 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₅₂ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 93,1g)

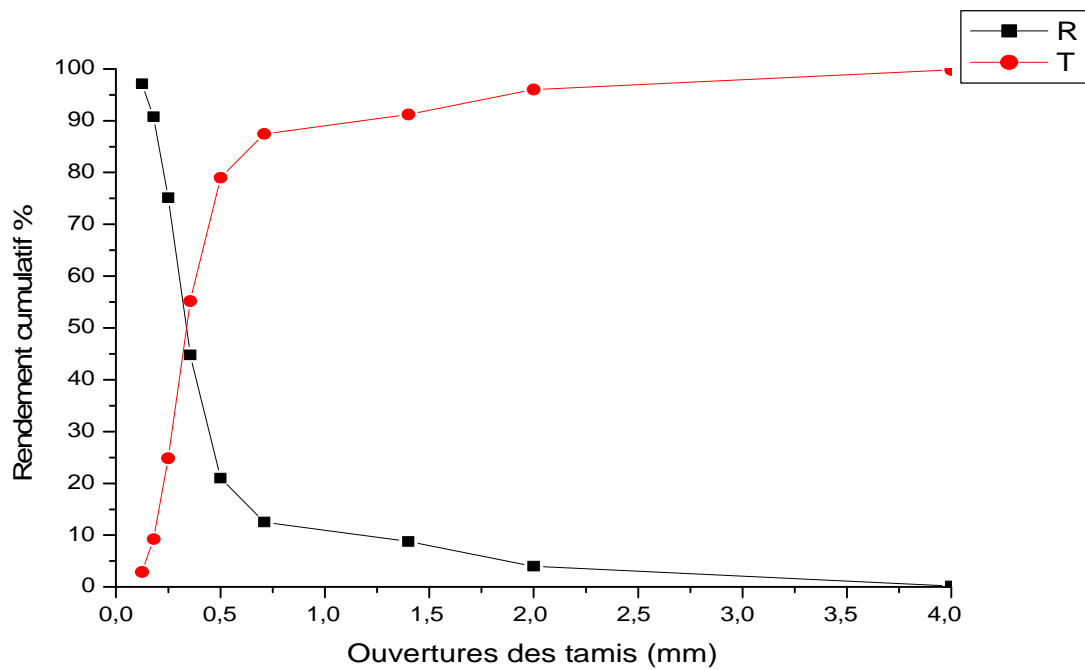
Ouvertures des tamis (mm)	Masse (refus en (g))	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,19	0,20	0,20	99,8
2	2,86	3,10	3,3	96,7
1,4	3,34	3,62	6,92	93,08
0,71	3,03	3,28	10,2	89,8
0,5	5,95	6,45	16,65	83,35
0,355	25,08	27,22	43,87	56,13
0,250	25,84	28,05	71,92	28,08
0,180	19,01	20,63	92,55	7,45
0,125	5,38	5,84	98,39	1,61
< 0,125	1,44	1,56	100	0
Masse totale	92,12	100	/	/

TableauIV.20 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₅₃ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 85,53g)

Ouvertures des tamis (mm)	Masse d'échantillon des refus en (g)	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,18	0,21	0,21	99,79
2	3,20	3,81	4,02	95,98
1,4	4,02	4,79	8,81	91,19
0,71	3,14	3,74	12,55	87,45
0,5	7,09	8,46	21,01	78,99
0,355	19,94	23,79	44,8	55,2
0,250	25,43	30,34	75,14	24,86
0,180	13,10	15,63	90,77	9,23
0,125	5,30	6,32	97,09	2,91
< 0,125	2,39	2,85	100	0
Masse totale	83,79	100	/	/



FigureIV.19 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₅₂)



FigureIV.20 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₅₃)

Tableau IV.21 : Résultat Analyse granulométrique des échantillons E₅₄ après le broyage (temps de tamisage = 30 min, amplitude= 2, m_i = 89,81g)

Ouvertures des tamis (mm)	Masse d'échantillon des refus en (g)	P (%)	R (%)	T (%)
4	0,07	0,07	0,07	99,93
2	2,73	3,06	3,13	96,87
1,4	3,32	3,73	6,86	93,14
0,71	2,57	2,88	9,74	90,26
0,5	4,93	5,54	15,28	84,72
0,355	27,46	30,87	46,15	53,85
0,250	25,97	29,19	75,34	24,66
0,180	16,99	19,10	94,44	5,56
0,125	4,24	4,76	99,2	0,8
< 0,125	0,67	0,75	100	0
Masse totale	88,95	100	/	/

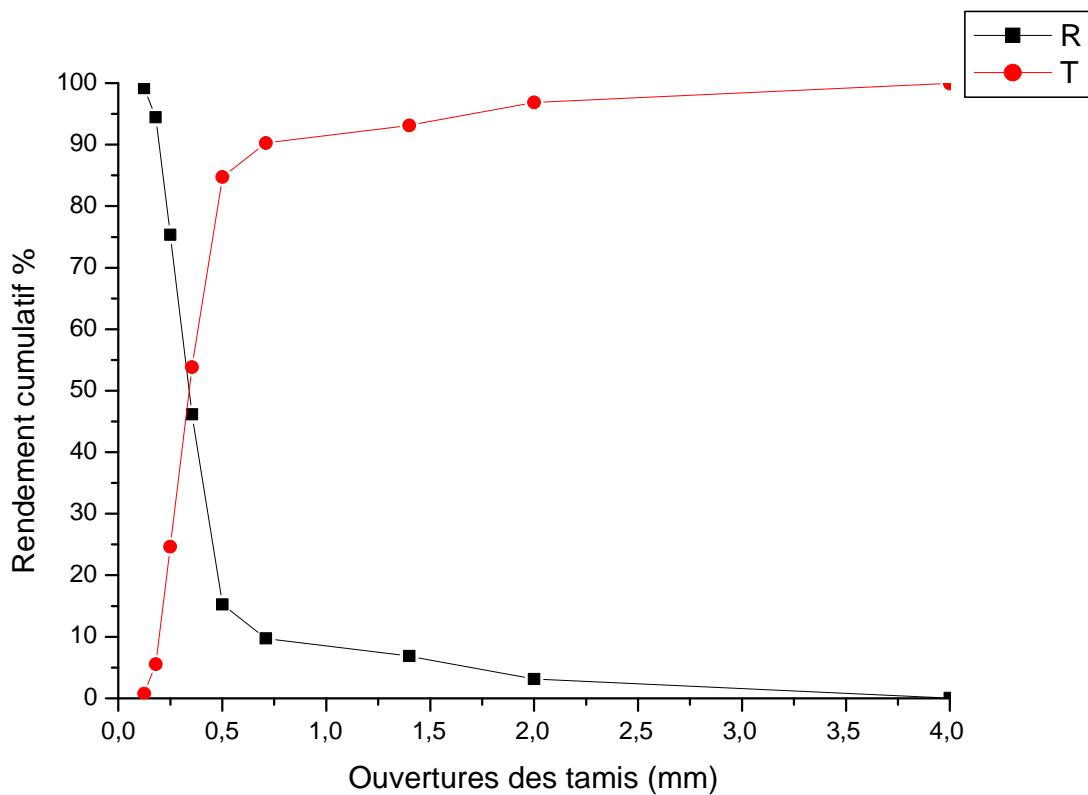


Figure IV.21 : La courbe de L'évolution des refus et des tamisât en fonction des ouvertures des tamis d'échantillon (E₅₄)

Tableau IV.22: Analyse granulométrique des échantillons (témoin) avant broyage(Et)

Ouvertures des tamis (mm)	% cumulatif passant
4	79,92
2	71,72
1,4	68,06
0,71	62,53
0,5	58,06
0,355	48,41
0,250	33,67
0,180	16,30
0,125	8,50
< 0,125	0

Tableau IV.23 : Analyse granulométrique des échantillons après broyage à différents temps(vitesse de broyage= 600tr/min).

Ouvertures des tamis (mm)	% Cumulatif passant			
	E ₁₁	E ₁₂	E ₁₃	E ₁₄
4	99,91	100	100	99,94
2	98,98	99,76	99,48	98,92
1,4	97,47	99,26	97,08	95,72
0,71	96,84	98,66	95,78	94,48
0,5	95,92	97,38	93,39	92,48
0,355	94,85	95,11	89,41	87,58
0,250	90,48	91,02	80,20	69,33
0,180	50,57	44,61	47,54	23,48
0,125	16,28	20,49	28,90	10,36
< 0,125	0	0	0	0

Tableau IV.24: Analyse granulométrique des échantillons après broyage à différents temps, (vitesse de broyage= 700 tr/min).

Ouvertures des tamis (mm)	% cumulatif passant			
	E ₂₁	E ₂₂	E ₂₃	E ₂₄
4	99,92	99,98	99,97	99,96
2	99,66	99,01	99,74	99,21
1,4	99,46	95,98	99,5	98,47
0,71	98,81	93,1	98,33	97,69
0,5	97,87	91,42	96,35	95,44
0,355	94,23	86,45	89,83	92,92
0,250	74,33	76,91	70,41	81,24
0,180	27,64	29,35	17,44	44,91
0,125	16,83	14,25	7,26	15,02
< 0,125	0	0	0	0

Tableau IV.25 : analyse granulométrique des échantillons après broyage à différents temps(vitesse de broyage= 800 tr/min).

Ouvertures des tamis (mm)	% cumulatif passant avant broyage			
	E ₃₁	E ₃₂	E ₃₃	E ₃₄
4	99,61	99,73	99,77	99,63
2	96,65	95,27	97,13	98
1,4	96	91,77	96,68	95,72
0,71	94,96	89,53	93,03	94,27
0,5	92,42	86,03	85,85	92,32
0,355	86,64	69,45	64,16	88,3
0,250	73,41	41,61	32,93	83,59
0,180	31,84	5,8	7,95	67,47
0,125	7,43	1,32	1,6	18,26
< 0,125	0	0	0	0

Tableau IV.26 : analyse granulométrique des échantillons après broyage à différents temps (Temps de broyage = 900 tr/min).

Ouvertures des tamis (mm)	% cumulatif passant avant broyage			
	E ₄₁	E ₄₂	E ₄₃	E ₄₄
4	99,94	99,9	99,96	99,92
2	98,92	95,44	97,42	97,68
1,4	95,72	88,92	93,98	94,79
0,71	94,48	87,07	89,78	92,26
0,5	92,48	85,53	81,48	88,25
0,355	87,58	83,7	55,42	68,81
0,250	69,33	79,73	25,5	45,6
0,180	23,48	68,55	4,87	8,52
0,125	10,36	23,72	1,2	3,61
< 0,125	0	0	0	0

Tableau IV.27 : analyse granulométrique des échantillons après broyage à différents temps (Temps de broyage = 1000 tr/min).

Ouvertures des tamis (mm)	% cumulatif passant avant broyage			
	E ₅₁	E ₅₂	E ₅₃	E ₅₄
4	99,82	99,8	99,79	99,93
2	98,91	96,7	95,98	96,87
1,4	96,46	93,08	91,19	93,14
0,71	92,49	89,8	87,45	90,26
0,5	81,45	83,35	78,99	84,72
0,355	52,9	56,13	55,2	53,85
0,250	27,96	28,08	24,86	24,66
0,180	4,26	7,45	9,23	5,56
0,125	0,89	1,61	2,91	0,8
< 0,125	0	0	0	0

Tableau IV.28 : coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après le broyage ($v=600$ (tr/min)).

Coefficients caractéristiques	Cc	Cu
Avant broyage E_T	0,82	5,27
Après broyage E_{11}	>1,07	> 1,72
Après broyage E_{12}	>0,84	> 1,90
Après broyage E_{13}	>0,52	> 1,90
Après broyage E_{14}	1,42	2,09

Tableau IV.29 : coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après le broyage à ($v=700$ (tr/min)).

Coefficients caractéristiques	Cc	Cu
Avant broyage E_T	0,82	5,27
Après broyage E_{21}	>1,01	> 2,09
Après broyage E_{22}	>1,33	> 2
Après broyage E_{23}	1,30	1,91
Après broyage E_{24}	0,97	> 1,90

Tableau IV.30: coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après le broyage ($v=800$ (tr/min))

Coefficients caractéristiques	Cc	Cu
Avant broyage E_T	0,82	5,27
Après broyage E_{31}	0,79	1,64
Après broyage E_{32}	0,89	1,63
Après broyage E_{33}	1,02	1,88
Après broyage E_{34}	>0,98	> 1,63

Tableau IV.31 : coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après le broyage ($v=900$ (tr/min))

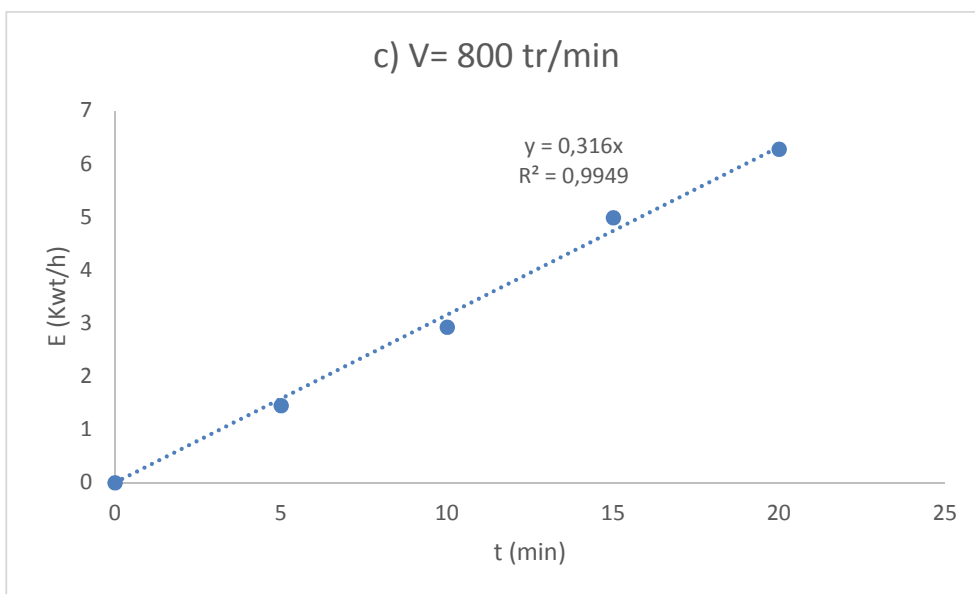
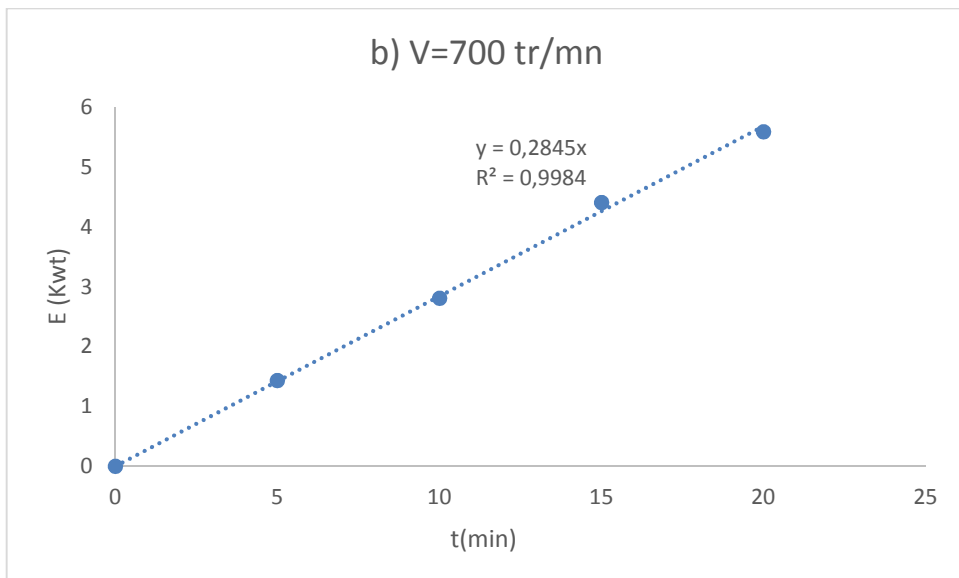
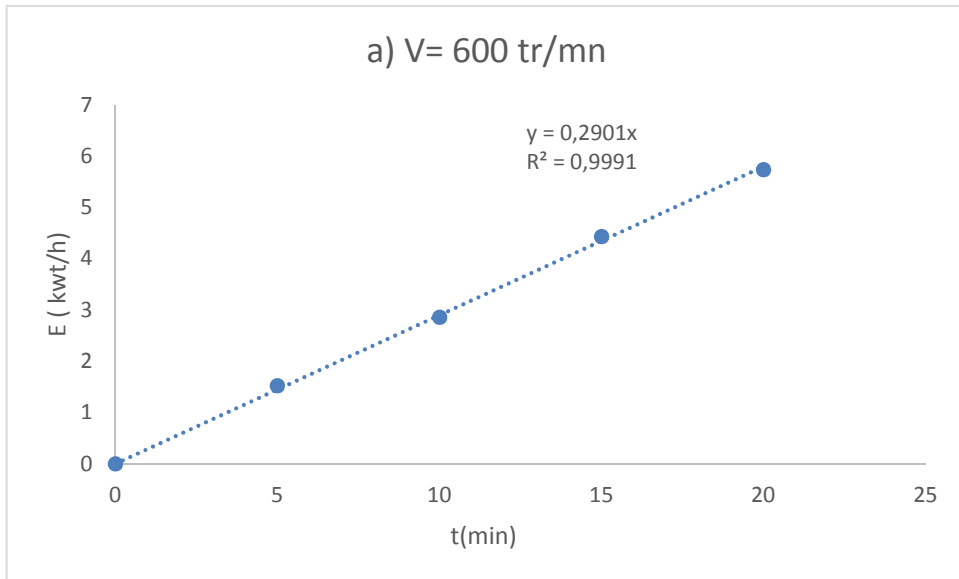
Coefficients caractéristiques	Cc	Cu
Avant broyage E_T	0,82	5,27
Après broyage E_{41}	1,42	2,09
Après broyage E_{42}	>0,72	> 1,63
Après broyage E_{43}	0,93	2
Après broyage E_{44}	0,86	1,72

Tableau IV.32: coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après le broyage ($v=1000$ (tr/min)).

Coefficients caractéristiques	Cc	Cu
Avant broyage E_T	0,82	5,27
Après broyage E_{51}	0,84	2,05
Après broyage E_{52}	0,86	2
Après broyage E_{53}	0,79	2,37

Tableau IV.33 : Energie consommée en fonction du temps et de la vitesse de broyage(avec $D_{80} = 0.00396 \mu\text{m}$).

Vitesse (tr/min)	Temps (min)	d_{80} (μm)	R_R	W (Kwh)	E (Kwh/kg)
600	5	0,00023	17,21	5505,170	1,525
	10	0,00023	17,21	5505,170	2,861
	15	0,00025	15,84	5208,996	4,438
	20	0,00031	12,77	4499,565	5,740
700	5	0,00029	13,65	4711,407	1,433
	10	0,00029	13,65	4711,407	2,811
	15	0,00030	13,2	4602,838	4,414
	20	0,00025	15,84	5208,996	5,593
800	5	0,00030	13,2	4540,02	1,476
	10	0,00045	8,8	3437,43	2,796
	15	0,00046	8,60	3380,76	4,727
	20	0,00023	17,21	5505,17	5,875
900	5	0,00031	12,77	4499,56	1,435
	10	0,00025	15,84	5208,99	2,792
	15	0,00049	8,08	3221,27	4,332
	20	0,00045	8,8	3437,43	5,804
1000	5	0,00049	8,08	3221,27	1,45
	10	0,00047	8,42	3325,90	2,93
	15	0,00053	7,47	3030,07	4,99
	20	0,00047	8,42	3325,90	6,28



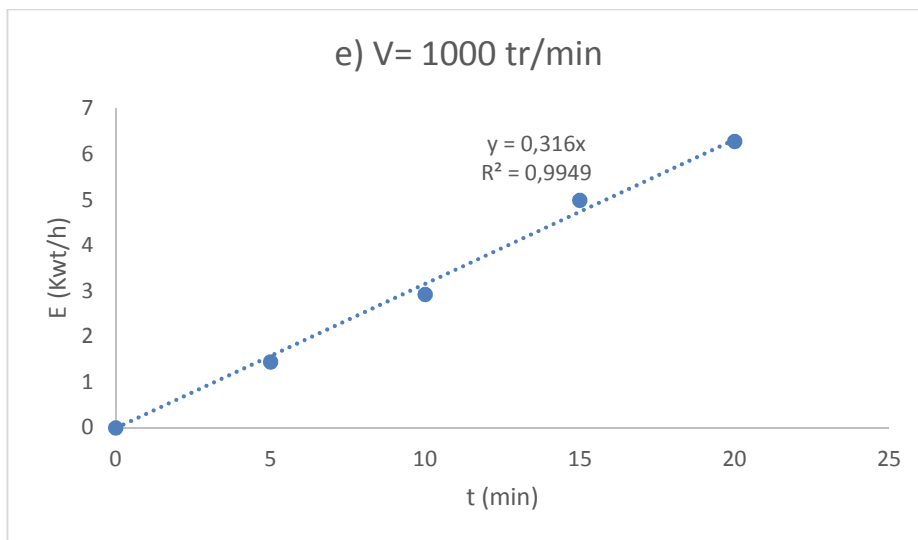
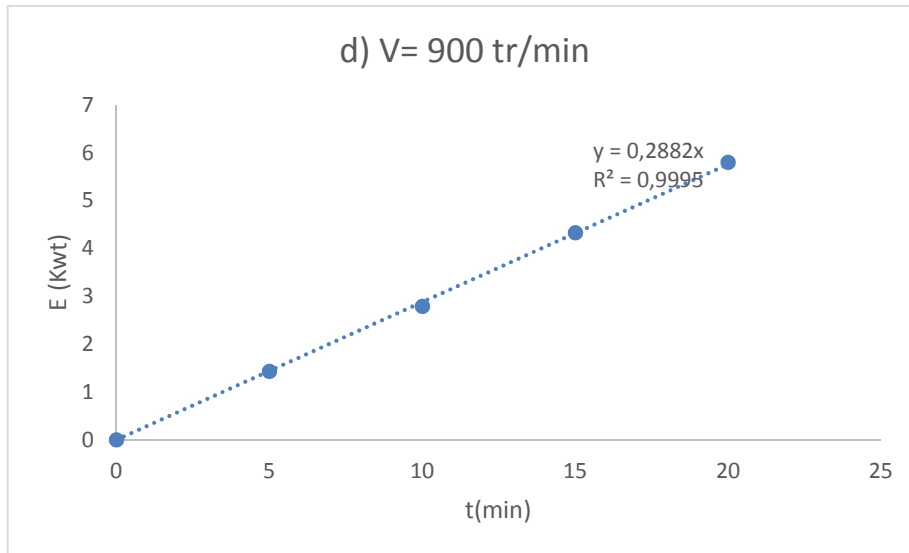


Tableau IV.34 : les valeurs des diamètres moyens échantillon témoin

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	19,82	79,28	4,955
2	3	8,1	24,3	2,7
1,4	1,7	3,62	6,154	2,129
0,71	1,05	5,46	5,733	5,2
0,5	0,6	4,42	2,652	7,366
0,355	0,7	9,53	6,671	13,614
0,25	0,3	14,55	4,365	48,5
0,18	0,215	17,15	3,687	79,767
0,125	0,3	7,7	2,31	25,666
< 0,125	0,125	8,34	1,042	66,72
Masse totale		98,69	136,194	256,619

Tableau IV. 35 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (11)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,09	0,36	0,022
2	3	0,85	2,55	0,283
1,4	1,7	1,38	2,346	0,811
0,71	1,05	0,58	0,609	0,552
0,5	0,6	0,84	0,504	1,4
0,355	0,7	0,98	0,686	1,4
0,25	0,3	3,99	1,197	13,3
0,18	0,215	36,41	7,828	169,348
0,125	0,3	31,28	9,384	104,266
< 0,125	0,125	14,81	1,851	118,48
Masse totale		91,21	27,315	409,865

Tableau IV. 36 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (12)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0	0	0
2	3	0,23	0,69	0,076
1,4	1,7	0,47	0,799	0,276
0,71	1,05	0,57	0,598	0,542
0,5	0,6	1,2	0,72	2
0,355	0,7	2,13	1,491	3,042
0,25	0,3	3,83	1,149	12,766
0,18	0,215	43,43	9,337	202
0,125	0,3	22,57	6,771	75,233
< 0,125	0,125	19,14	2,392	153,12
Masse totale		93,57	23,948	449,058

Tableau IV.37: les valeurs des diamètres moyens échantillon (13)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0	0	0
2	3	0,5	1,5	0,166
1,4	1,7	2,29	3,893	1,347
0,71	1,05	1,24	1,302	1,180
0,5	0,6	2,28	1,368	3,8
0,355	0,7	3,79	2,653	5,414
0,25	0,3	8,77	2,631	29,233
0,18	0,215	31,09	6,684	144,604
0,125	0,3	17,74	5,322	59,133
< 0,125	0,125	27,47	3,433	219,76
Masse totale		95,17	28,787	464,640

Tableau IV. 38 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (14)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,06	0,24	0,015
2	3	0,98	2,94	0,326
1,4	1,7	3,06	5,202	1,8
0,71	1,05	1,19	1,249	1,133
0,5	0,6	1,92	1,152	3,2
0,355	0,7	4,69	3,283	6,7
0,25	0,3	17,44	5,232	58,133
0,18	0,215	43,82	9,421	203,813
0,125	0,3	12,54	3,762	41,8
< 0,125	0,125	9,86	1,232	78,88
Masse totale		95,56	33,714	395,802

Tableau IV.39 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (21)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,08	0,32	0,02
2	3	0,26	0,78	0,086
1,4	1,7	0,2	0,34	0,117
0,71	1,05	0,64	0,672	0,609
0,5	0,6	0,92	0,552	1,533
0,355	0,7	3,55	2,485	5,071
0,25	0,3	19,37	5,811	64,566
0,18	0,215	45,43	9,767	211,302
0,125	0,3	10,52	3,156	35,066
< 0,125	0,125	16,33	2,041	130,64
Masse totale		97,3	25,924	449,014

Tableau IV. 40 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (22)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,02	0,08	0,005
2	3	0,92	2,76	0,306
1,4	1,7	2,86	4,862	1,682
0,71	1,05	2,72	2,856	2,590
0,5	0,6	1,59	0,954	2,65
0,355	0,7	4,69	3,283	6,7
0,25	0,3	9	2,7	30
0,18	0,215	44,85	9,642	208,604
0,125	0,3	14,24	4,272	47,466
< 0,125	0,125	13,41	1,676	107,28
Masse totale		94,3	33,086	407,285

Tableau IV. 41 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (23)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,03	0,12	0,007
2	3	0,22	0,66	0,073
1,4	1,7	0,23	0,391	0,135
0,71	1,05	1,1	1,155	1,047
0,5	0,6	1,86	1,116	3,1
0,355	0,7	6,11	4,277	8,728
0,25	0,3	18,2	5,46	60,666
0,18	0,215	49,64	10,672	230,883
0,125	0,3	9,54	2,862	31,8
< 0,125	0,125	6,5	0,812	52
Masse totale		93,7	27,526	388,442

Tableau IV. 42 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (24)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,04	0,16	0,01
2	3	0,73	2,19	0,243
1,4	1,7	0,72	1,224	0,423
0,71	1,05	0,76	0,798	0,723
0,5	0,6	2,18	1,308	3,633
0,355	0,7	2,45	1,715	3,5
0,25	0,3	11,32	3,396	37,733
0,18	0,215	35,2	7,568	163,720
0,125	0,3	28,96	8,688	96,533
< 0,125	0,125	14,52	1,815	116,16
Masse totale		96,88	28,862	422,681

Tableau IV.43 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (31)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,37	1,48	0,092
2	3	2,81	8,43	0,936
1,4	1,7	0,62	1,054	0,364
0,71	1,05	0,99	1,039	0,942
0,5	0,6	2,41	1,446	4,016
0,355	0,7	5,48	3,836	7,828
0,25	0,3	12,55	3,765	41,833
0,18	0,215	39,41	8,473	183,302
0,125	0,3	23,15	6,945	77,166
< 0,125	0,125	7,01	0,876	56,08
Masse totale		94,8	37,344	372,564

Tableau IV. 44 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (32)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,26	1,04	0,065
2	3	4,28	12,84	1,42666667
1,4	1,7	3,36	5,712	1,97647059
0,71	1,05	2,15	2,2575	2,04761905
0,5	0,6	3,36	2,016	5,6
0,355	0,7	15,88	11,116	22,6857143
0,25	0,3	26,66	7,998	88,8666667
0,18	0,215	34,29	7,37235	159,488372
0,125	0,3	4,29	1,287	14,3
< 0,125	0,125	1,22	0,1525	9,76
Masse totale		95,75	51,79135	306,216509

Tableau IV. 45 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (33)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,21	0,84	0,052
2	3	2,33	6,99	0,776
1,4	1,7	0,4	0,68	0,235
0,71	1,05	3,22	3,381	3,066
0,5	0,6	6,33	3,798	10,55
0,355	0,7	19,12	13,384	27,314
0,25	0,3	27,53	8,259	91,766
0,18	0,215	22,02	4,734	102,418
0,125	0,3	5,6	1,68	18,666
< 0,125	0,125	1,38	0,172	11,04
Masse totale		88,14	43,918	265,887

Tableau IV. 46 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (34)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,35	1,4	0,0875
2	3	1,53	4,59	0,51
1,4	1,7	2,14	3,638	1,25882353
0,71	1,05	1,36	1,428	1,2952381
0,5	0,6	1,83	1,098	3,05
0,355	0,7	3,77	2,639	5,38571429
0,25	0,3	4,41	1,323	14,7
0,18	0,215	15,09	3,24435	70,1860465
0,125	0,3	46,05	13,815	153,5
< 0,125	0,125	17,04	2,13	136,32
Masse totale		93,57	35,30535	386,293322

Tableau IV. 47 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (41)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,06	0,24	0,015
2	3	0,98	2,94	0,326
1,4	1,7	3,06	5,202	1,8
0,71	1,05	1,19	1,249	1,133
0,5	0,6	1,92	1,152	3,2
0,355	0,7	4,69	3,283	6,7
0,25	0,3	17,44	5,232	58,133
0,18	0,215	43,82	9,421	203,813
0,125	0,3	12,54	3,762	41,8
< 0,125	0,125	9,86	1,232	78,88
Masse totale		95,56	33,714	395,802

Tableau IV. 48 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (42)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,1	0,4	0,025
2	3	4,38	13,14	1,46
1,4	1,7	6,17	10,489	3,629
0,71	1,05	1,78	1,869	1,695
0,5	0,6	1,48	0,888	2,466
0,355	0,7	1,76	1,232	2,514
0,25	0,3	3,82	1,146	12,733
0,18	0,215	10,74	2,3091	49,953
0,125	0,3	43,04	12,912	143,466
< 0,125	0,125	22,72	2,84	181,76
Masse totale		95,99	47,225	399,704

Tableau IV. 49 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (43)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,04	0,16	0,01
2	3	2,49	7,47	0,83
1,4	1,7	3,36	5,712	1,976
0,71	1,05	4,11	4,3155	3,914
0,5	0,6	8,11	4,866	13,516
0,355	0,7	25,45	17,815	36,357
0,25	0,3	29,22	8,766	97,4
0,18	0,215	20,15	4,332	93,720
0,125	0,3	3,59	1,077	11,966
< 0,125	0,125	1,13	0,141	9,04
Masse totale		97,65	54,655	268,732

Tableau IV. 50 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (44)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,08	0,32	0,02
2	3	2,14	6,42	0,713
1,4	1,7	2,76	4,692	1,623
0,71	1,05	2,42	2,541	2,304
0,5	0,6	3,83	2,298	6,383
0,355	0,7	18,55	12,985	26,5
0,25	0,3	22,14	6,642	73,8
0,18	0,215	35,37	7,604	164,511
0,125	0,3	4,69	1,407	15,633
< 0,125	0,125	3,4	0,425	27,2
Masse totale		95,38	45,334	318,689

Tableau IV. 51 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (51)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,18	0,72	0,045
2	3	0,88	2,64	0,293
1,4	1,7	2,36	4,012	1,388
0,71	1,05	3,82	4,011	3,638
0,5	0,6	10,63	6,378	17,716
0,355	0,7	27,47	19,229	39,2428
0,25	0,3	24	7,2	80
0,18	0,215	22,8	4,902	106,046
0,125	0,3	3,25	0,975	10,833
< 0,125	0,125	0,81	0,101	6,48
Masse totale		96,2	50,168	265,684

Tableau IV. 52 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (52)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,19	0,76	0,047
2	3	2,86	8,58	0,953
1,4	1,7	3,34	5,678	1,964
0,71	1,05	3,03	3,181	2,885
0,5	0,6	5,95	3,57	9,916
0,355	0,7	25,08	17,556	35,828
0,25	0,3	25,84	7,752	86,133
0,18	0,215	19,01	4,087	88,418
0,125	0,3	5,38	1,614	17,933
< 0,125	0,125	1,44	0,18	11,52
Masse totale		92,12	52,958	255,601

Tableau IV. 53 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (53)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,18	0,72	0,045
2	3	3,2	9,6	1,066
1,4	1,7	4,02	6,834	2,364
0,71	1,05	3,14	3,297	2,990
0,5	0,6	7,09	4,254	11,816
0,355	0,7	19,94	13,958	28,485
0,25	0,3	25,43	7,629	84,766
0,18	0,215	13,1	2,816	60,930
0,125	0,3	5,3	1,59	17,666
< 0,125	0,125	2,39	0,298	19,12
Masse totale		83,79	50,997	229,252

Tableau IV. 54 : les valeurs des diamètres moyens échantillon (54)

Ouvertures des tamis (mm)	di	Masse d'échantillon des refus en (g)	mi.di	mi/di
4	4	0,07	0,28	0,017
2	3	2,73	8,19	0,91
1,4	1,7	3,32	5,644	1,952
0,71	1,05	2,57	2,698	2,447
0,5	0,6	4,93	2,958	8,216
0,355	0,7	27,46	19,222	39,228
0,25	0,3	25,97	7,791	86,566
0,18	0,215	16,99	3,652	79,023
0,125	0,3	4,24	1,272	14,133
< 0,125	0,125	0,67	0,083	5,36
Masse totale		88,95	51,792	237,856

Tableau IV.55 : Variation des diamètres équivalents et la surface spécifique en fonction du temps de broyage à différentes vitesses (600, 700, 800, 900 et 1000 tr/mn).

Vitesse (tr/mn)	Temps (min)	Dv(mm)	d _{s/v} (mm)	S ₀ (m ⁻¹)	ΔS (m ⁻¹)
600	0	1,38	0,38	15780	
	5	0,29	0,22	27270	11490
	10	0,25	0,20	30000	14220
	15	0,30	0,20	30000	14220
	20	0,35	0,24	25000	9220
700	0	1,38	0,38	15780	
	5	0,26	0,21	28570	12790
	10	0,35	0,23	26080	10300
	15	0,29	0,24	25000	9220
	20	0,29	0,22	27270	11490
800	0	1,38	0,38	15780	
	5	0,39	0,25	24000	8220
	10	0,54	0,31	19350	3570
	15	0,49	0,33	18180	2400
	20	0,37	0,24	25000	9220
900	0	1,38	0,38	15780	
	5	0,35	0,24	25000	9220
	10	0,49	0,24	25000	9220
	15	0,55	0,36	16660	880
	20	0,47	0,29	20680	4900
1000	0	1,38	0,38	15780	
	5	0,52	0,36	16660	880
	10	0,57	0,36	16660	880
	15	0,60	0,36	16660	880
	20	0,58	0,37	16210	430

Tableau IV.56 : Coefficient énergétique (η) et la grindabilité (broyabilité) (Gr) (avec $\Delta_F = 0.38\text{mm}$).

Vitesse (tr/mn)	Temps (min)	d₅₀ (mm)	$R = \frac{\Delta F}{d_{50}}$	$\eta = \frac{\Delta S}{E}$ (kg.m⁻¹/kwh)	$Gr = \frac{R}{E}$ (kg/kwh)
600	5	0,16	2,375	7534,426	1,557
	10	0,18	2,111	4970,290	0,737
	15	0,17	2,235	3204,146	0,503
	20	0,022	1,727	1606,271	0,300
700	5	0,21	1,809	8925,331	1,262
	10	0,21	1,809	3664,176	0,643
	15	0,21	1,809	2088,808	0,409
	20	0,19	2	2054,353	0,357
800	5	0,20	1,9	5569,105	1,287
	10	0,29	1,31	1276,824	0,468
	15	0,30	1,266	507,721	0,267
	20	0,17	2,235	1569,361	0,380
900	5	0,22	1,727	6425,087	1,203
	10	0,15	2,533	3302,292	0,907
	15	0,33	1,151	203,139	0,265
	20	0,26	1,461	844,245	0,251
1000	5	0,34	1,117	606,896	0,770
	10	0,33	1,151	300,341	0,392
	15	0,33	1,151	176,352	0,230
	20	0,33	1,151	68,471	0,183

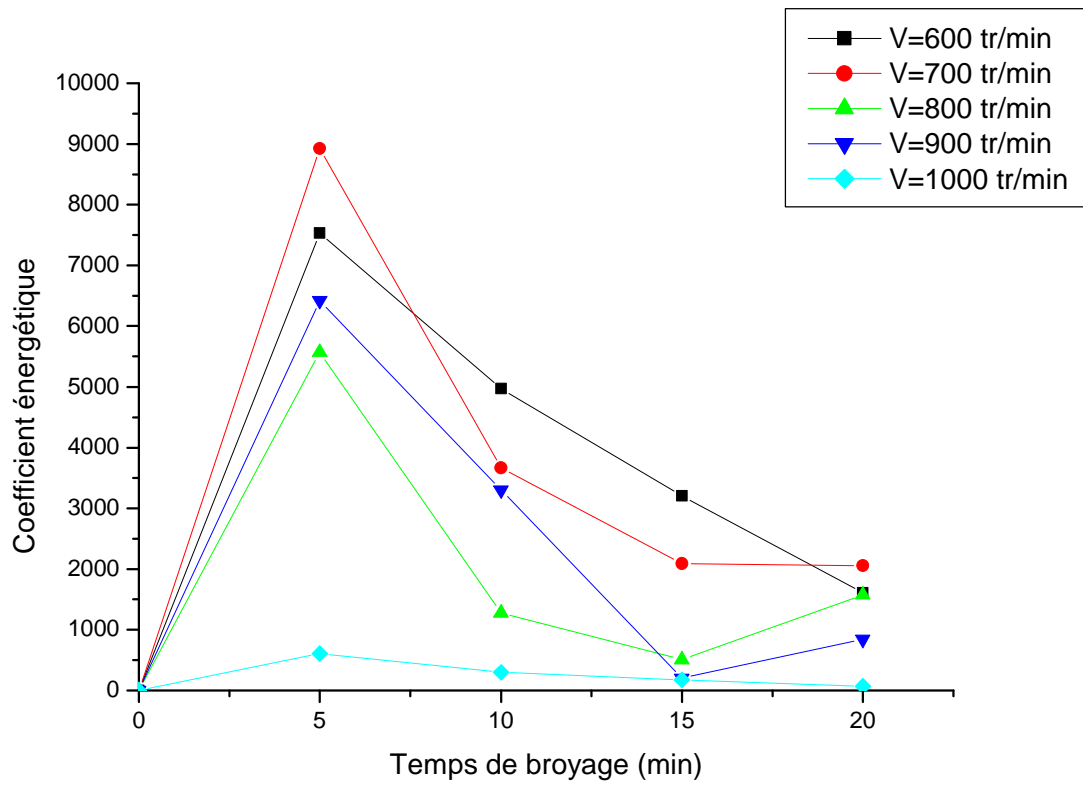


Figure : Variation du coefficient énergétique en fonction du temps de broyage (min).

Annexe 03

CARACTERISATION MINERALOGIQUE ET TEXTURALE

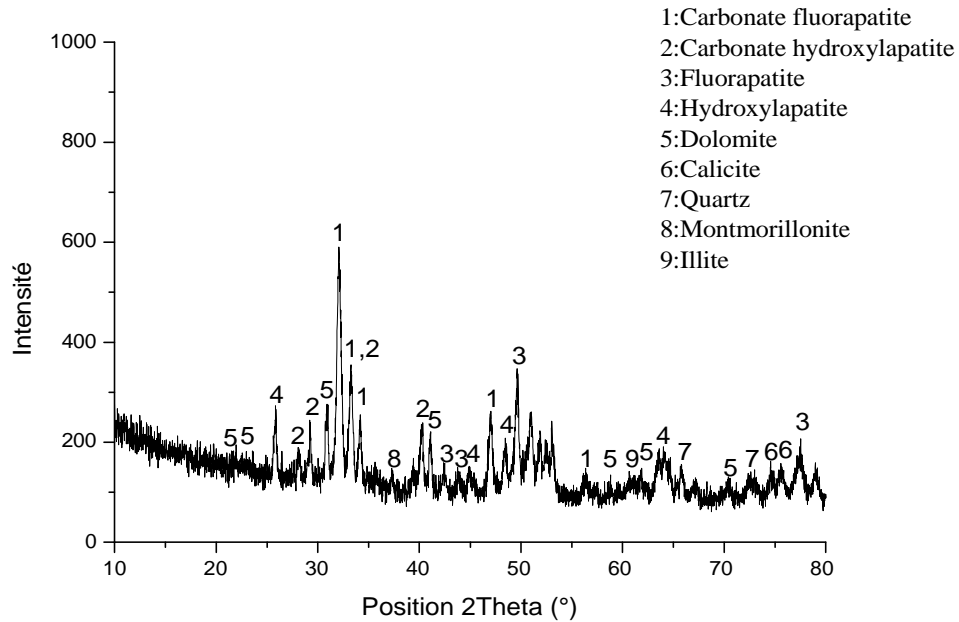


Figure IV.1:Diffractogramme des rayons X de phosphate noir brut.

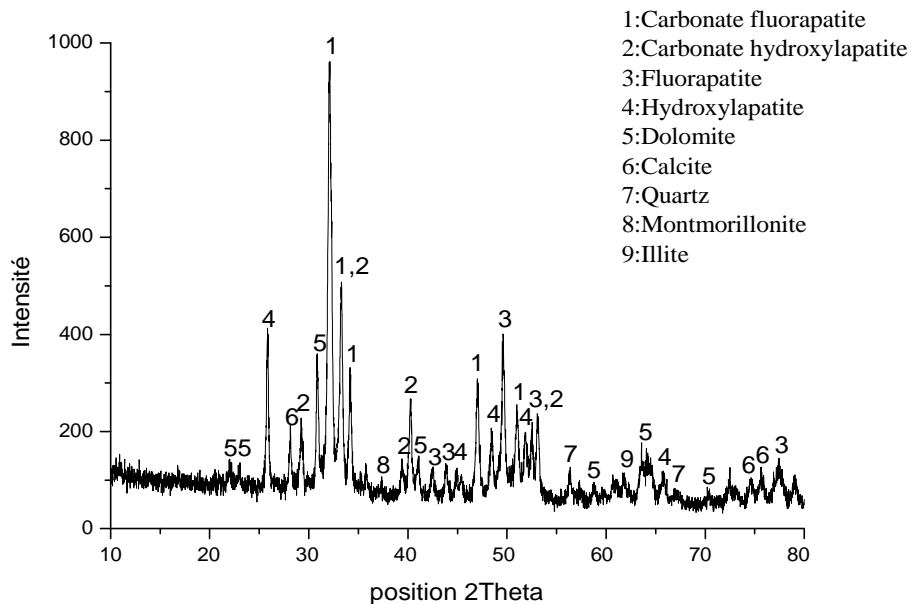
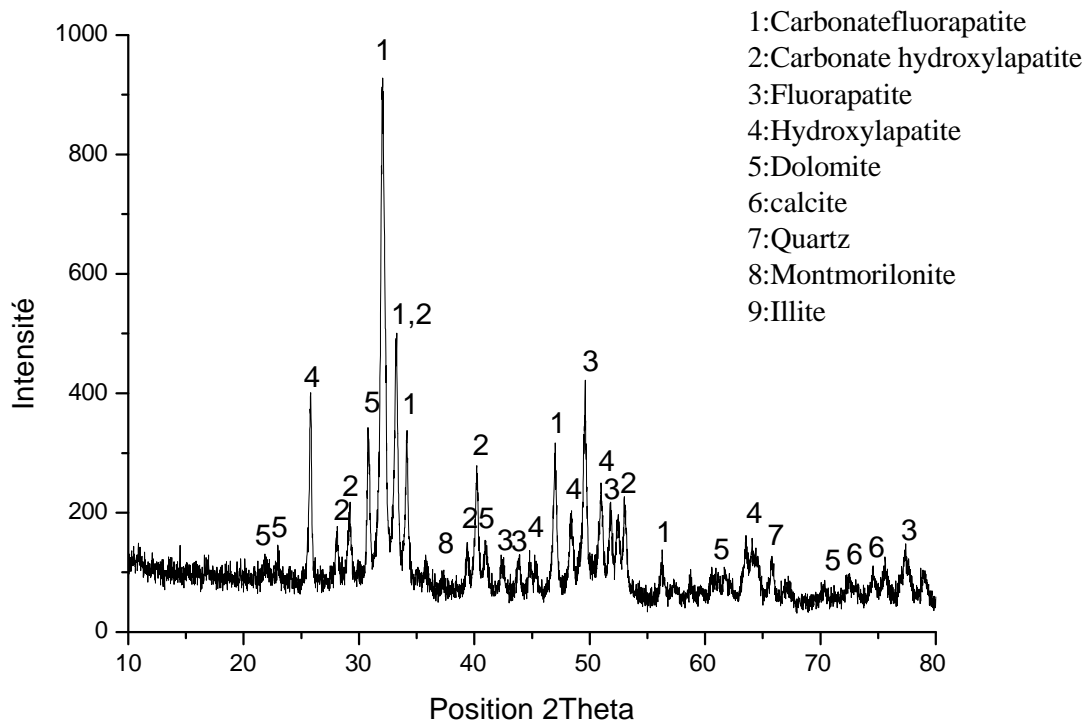
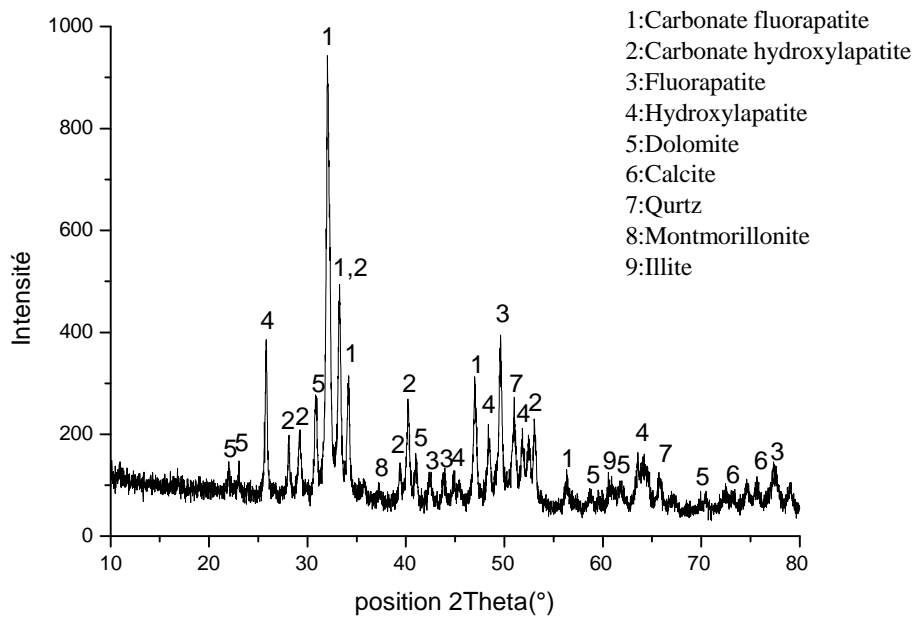


Figure IV.2 :Diffractogramme des rayons X de phosphate noir après broyage à
(V=600 tr/min, t =5min)



FigureIV.3 :Diffractogramme des rayons X de phosphate noir après broyage (V=600tr/min, t=10 min)



FigureIV.4 :Diffractogramme des rayons X de phosphate noir après broyage sec à V=600 (tr/min) et t=15 (min)

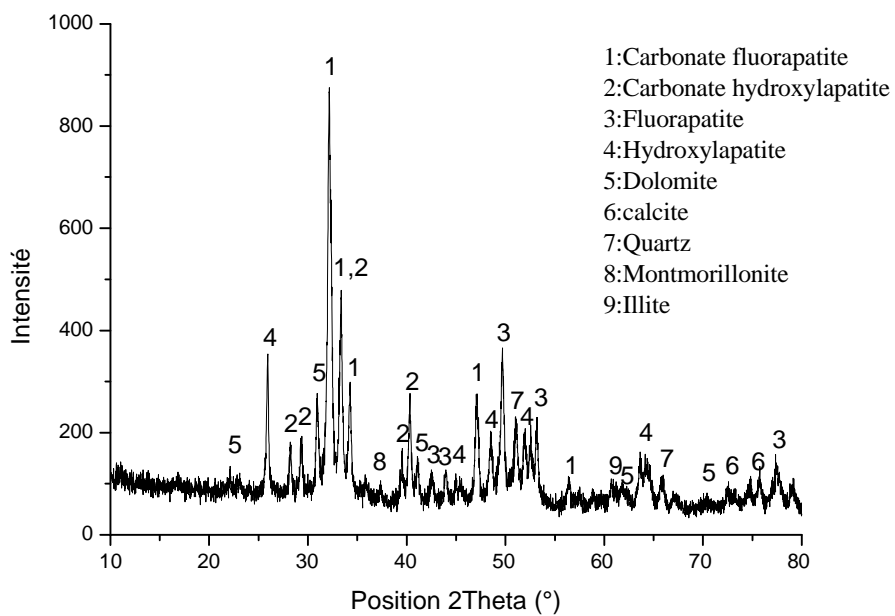


Figure IV.5 : Diffractogramme des rayons X de phosphate noir après broyage sec à V=600 (tr/min) et t=20 (min)

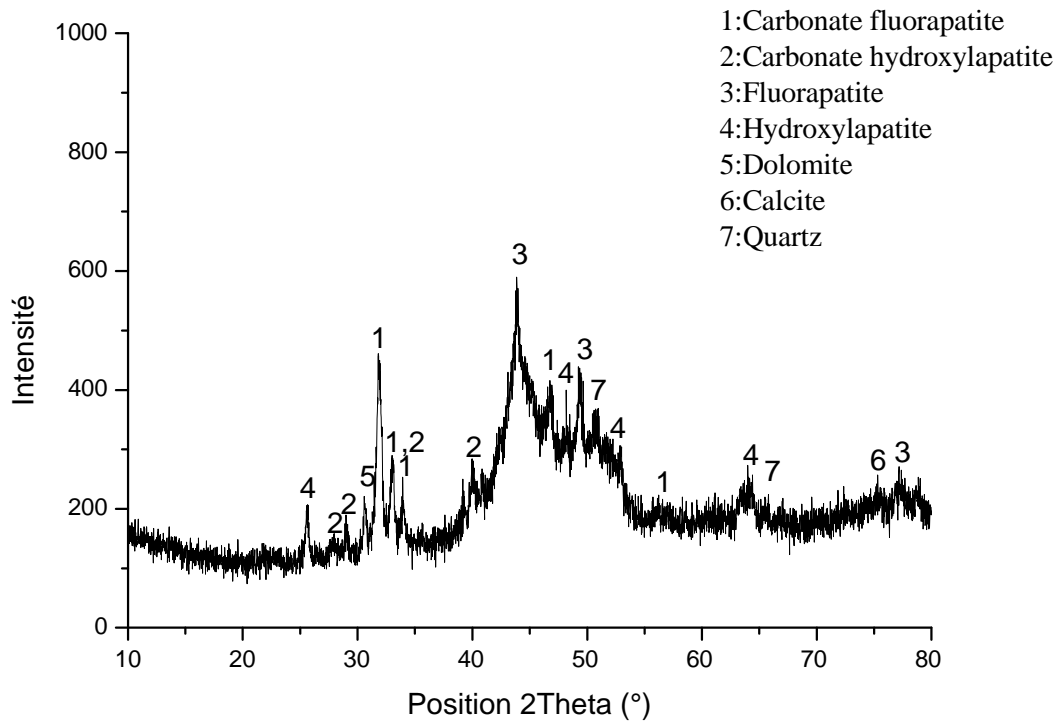


Figure IV.6 : Diffractogramme des rayons X de phosphate noir après broyage sec à V=1000 (tr/min) et t=10 (min)

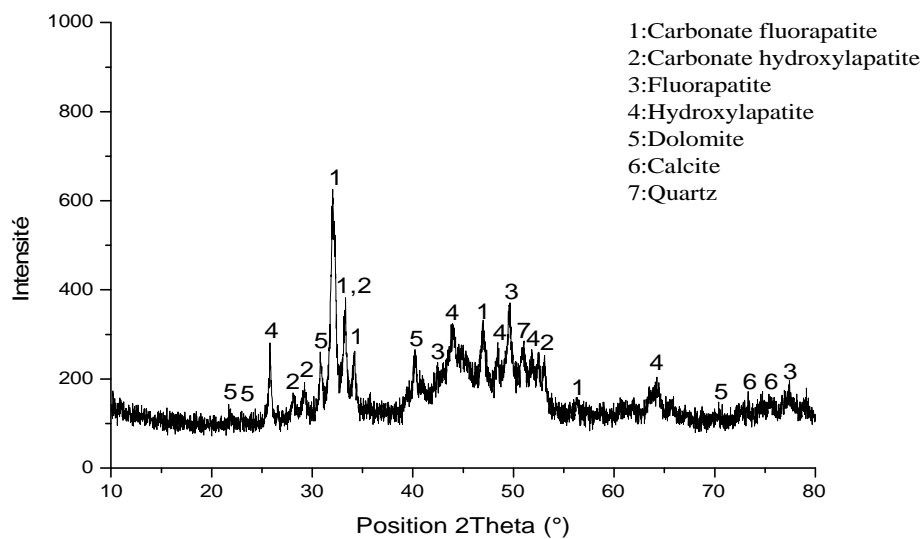


Figure IV.7 : Diffractogramme des rayons X de phosphate noir après broyage sec à V=1000 (tr/min) et t=20 (min)

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

Référence	nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-031-0367	Carbonate fluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1,5}(\text{OH})_{0,5}$	1
00-019-0272	Carbonate hydroxylapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_2$	2
00-002-0845	Fluorapatite	$\text{CaF}_2\text{3Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ $(\text{CaF})\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_3$	3
00-009-0432	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	4
00-011-0078	Dolomite	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	5
00-003-0569	Calcite	CaCO_3	6
00-005-0490	Quartz	SiO_2	7
00-002-0037	Montmorillonite	$\text{AlSi}_2\text{O}_6(\text{OH})_2$	8
00-002-0056	Illite	$(\text{KAlSi}_3\text{AlO}_{10})(\text{OH})_2$	9

Tableau IV.2: Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate après broyage sec à V=600 (tr/min) et t=05 (min).

Référence	nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-031-0367	Carbonate fluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1,5}(\text{OH})_{0,5}$	1
00-019-0272	Carbonate hydroxylapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_2$	2
00-034-0011	Fluorapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$	3
00-009-0432	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	4
00-011-0078	Dolomite	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	5
00-003-0569	Calcite	CaCO_3	6
00-005-0490	Quartz	SiO_2	7
00-002-0037	Montmorillonite	$\text{AlSi}_2\text{O}_6(\text{OH})_2$	8
00-002-0056	Illite	$(\text{KAlSi}_3\text{AlO}_{10})(\text{OH})_2$	9

TableauIV.3 : Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate après broyage sec à V=600 (tr/min) et t=10 (min).

Référence	nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-031-0367	Carbonate fluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1,5}(\text{OH})_{0,5}$	1
00-019-0272	Carbonate hydroxylapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_2$	2
00-015-0876	Fluorapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$	3
00-009-0432	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	4
00-011-0078	Dolomite	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	5
00-003-0569	Calcite	CaCO_3	6
00-005-0490	Quartz	SiO_2	7
00-002-0037	Montmorillonite	$\text{AlSi}_2\text{O}_6(\text{OH})_2$	8
00-002-0056	Illite	$(\text{KAlSi}_3\text{AlO}_{10})(\text{OH})_2$	9

Tableau IV.4: Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate après broyage sec à V=600 (tr/min) et t=15 (min).

Référence	nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-031-0367	Carbonate fluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1,5}(\text{OH})_{0,5}$	1
00-019-0272	Carbonate hydroxylapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_2$	2
00-034-0011	Fluorapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$	3
00-009-0432	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	4
00-011-0078	Dolomite	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	5
00-003-0569	Calcite	CaCO_3	6
00-005-0490	Quartz	SiO_2	7
00-002-0037	Montmorillonite	$\text{AlSi}_2\text{O}_6(\text{OH})_2$	8
00-002-0056	Illite	$(\text{KAlSi}_3\text{AlO}_{10})(\text{OH})_2$	9

Tableau IV.5: Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate après broyage sec à V=600 (tr/min) et t=20 (min).

Référence	nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-031-0367	Carbonate fluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1,5}(\text{OH})_{0,5}$	1
00-019-0272	Carbonate hydroxylapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_2$	2
00-034-0011	Fluorapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$	3
00-009-0432	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	4
00-011-0078	Dolomite	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	5
00-003-0569	Calcite	CaCO_3	6
00-005-0490	Quartz	SiO_2	7
00-002-0037	Montmorillonite	$\text{AlSi}_2\text{O}_6(\text{OH})_2$	8
00-002-0056	Illite	$(\text{KAlSi}_3\text{AlO}_{10})(\text{OH})_2$	9

Tableau IV.6 : Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate après broyage sec à V=1000 (tr/min) et t=10 (min).

Référence	nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-031-0367	Carbonate fluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1,5}(\text{OH})_{0,5}$	1
00-019-0272	Carbonate hydroxylapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_2$	2
00-034-0011	Fluorapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$	3
00-009-0432	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	4
00-011-0078	Dolomite	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	5
00-003-0569	Calcite	CaCO_3	6
00-005-0490	Quartz	SiO_2	7

Tableau IV.7: Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate après broyage sec à V=1000 (tr/min) et t=20 (min).

Référence	nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-031-0367	Carbonate fluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1,5}(\text{OH})_{0,5}$	1
00-019-0272	Carbonate hydroxylapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_2$	2
00-034-0011	Fluorapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$	3
00-009-0432	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	4
00-011-0078	Dolomite	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	5
00-003-0569	Calcite	CaCO_3	6
00-005-0490	Quartz	SiO_2	7

Annexe 04

Caractérisation texturale

Echantillon témoin qui représente l'ésotherme et la surface de BET

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

Analysis		Report	
Operator:Mme Benamor	Date:2015/05/25	Operator:36042-2.1NWCD	Date:5/28/2015
Sample ID: Temoin	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\Temoin.qps	
Sample Desc: Mme Malek	Comment:		
Sample weight: 0.8388 g	Sample Volume: 0.25122 cc		
Outgas Time: 4.0 hrs	OutgasTemp: 100.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout:240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 102.1 min	End of run: 2015/05/25 10:22:25	Instrument: Nova Station B	
Cell ID: 5			

Relative Pressure	Volume
	cc/g
4.96670e-02	3.3607
1.15743e-01	3.7965
1.82168e-01	4.1287
2.46466e-01	4.4291
3.16210e-01	4.7573
3.83298e-01	5.0841
4.50715e-01	5.4342
5.17287e-01	5.8219
5.84268e-01	6.2764
6.49875e-01	6.8223
7.19249e-01	7.6103
7.84621e-01	8.7053
8.55873e-01	11.6741
9.21071e-01	14.1132

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

Analysis
Operator: Mme Benamor Date: 2015/05/25 Report: 36042-2.1NWCD Date: 5/28/2015
Sample ID: Temoin Filename: C:\QCdata\Physisorb\Temoin.qps
Sample Desc: Mme Malek Comment:
Sample weight: 0.8388 g Sample Volume: 0.25122 cc
Outgas Time: 4.0 hrs Outgas Temp: 100.0 C
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 120/120 sec (ads/des) Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 102.1 min End of run: 2015/05/25 10:22:25 Instrument: Nova Station B
Cell ID: 5

Adsorbate Nitrogen Temperature 77.350K
Molec. Wt.: 28.013 g Cross Section: 16.200 Å² Liquid Density: 0.808 g/cc

Relative Pressure P/Po	Volume@STP cc/g	1 / [w((Po/P) - 1)]
4.96670e-02	3.3607	1.2443e+01
1.15743e-01	3.7965	2.7586e+01
1.82168e-01	4.1287	4.3166e+01
2.46466e-01	4.4291	5.9086e+01
3.16210e-01	4.7573	7.7776e+01

BET summary
Slope = 244.364
Intercept = -4.752e-01
Correlation coefficient, r = 0.999463
C constant = -513.221
Surface Area = 14.279 m²/g

Echantillon 12 qui représente isotherme, la surface de BET, le volume totale des pores et la distribution des pores

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

Analysis
Operator: Benamor-Bradai Date: 2015/05/26 Report: 36042-2.1NWCD Date: 5/28/2015
Sample ID: G12 Filename: C:\QCdata\Physisorb\G12.qps
Sample Desc: Mme Malek Comment:
Sample weight: 0.5609 g Sample Volume: 0.11396 cc
Outgas Time: 2.0 hrs Outgas Temp: 100.0 C
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 120/120 sec (ads/des) Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 181.1 min End of run: 2015/05/26 11:39:09 Instrument: Nova Station B
Cell ID: 5

Relative Pressure	Volume cc/g
5.15050e-02	5.4466
1.51175e-01	6.3910
2.54721e-01	7.1751
3.60567e-01	7.9965
4.66540e-01	8.9300
5.70354e-01	10.1044
6.79030e-01	12.1932
7.77795e-01	15.2109
8.84915e-01	22.7182
9.85108e-01	56.3526
8.91540e-01	29.8343
7.94190e-01	19.3385
6.92159e-01	14.5413
5.91289e-01	12.2115
4.89379e-01	10.5894
3.92223e-01	8.3385
3.01505e-01	7.5404
1.90187e-01	6.6471
1.01803e-01	5.9261

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

Analysis
Operator: Benamor-Bradai Date: 2015/05/26 Report Operator: 36042-2.1NWCD Date: 5/28/2015
Sample ID: G12 Filename: C:\QCdata\Physisorb\G12.qps
Sample Desc: Mme Malek Comment:
Sample weight: 0.5609 g Sample Volume: 0.11396 cc
Outgas Time: 2.0 hrs OutgasTemp: 100.0 C
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 120/120 sec (ads/des) Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 181.1 min End of run: 2015/05/26 11:39:09 Instrument: Nova Station B
Cell ID: 5

Adsorbate Nitrogen Temperature 77.350K
Molec. Wt.: 28.013 g Cross Section: 16.200 Å² Liquid Density: 0.808 g/cc

Relative Pressure P/Po	Volume@STP cc/g	1 / [w((Po/P) - 1)]
5.15050e-02	5.4466	7.9770e+00
1.51175e-01	6.3910	2.2297e+01
2.54721e-01	7.1751	3.8112e+01
3.60567e-01	7.9965	5.6421e+01

BET summary
Slope = 156.428
Intercept = -7.865e-01
Correlation coefficient, r = 0.999093
C constant = -197.884
Surface Area = 22.375 m²/g

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

Analysis
Operator: Benamor-Bradai Date: 2015/05/26 Report Operator: 36042-2.1NWCD Date: 5/28/2015
Sample ID: G12 Filename: C:\QCdata\Physisorb\G12.qps
Sample Desc: Mme Malek Comment:
Sample weight: 0.5609 g Sample Volume: 0.11396 cc
Outgas Time: 2.0 hrs OutgasTemp: 100.0 C
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 120/120 sec (ads/des) Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 181.1 min End of run: 2015/05/26 11:39:09 Instrument: Nova Station B
Cell ID: 5
Adsorbate Nitrogen Temperature 77.350K
Molec. Wt.: 28.013 g Cross Section: 16.200 Å² Liquid Density: 0.808 g/cc

Total Pore Volume summary
Total Pore Volume

Total pore volume = 8.717e-02 cc/g for
pores smaller than 654.5 Å (Radius)
at P/Po = 0.98511

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

Analysis Report
Operator: Benamor-Bradai Date: 2015/05/26 Operator: 36042-2.1NWCD Date: 5/28/2015
Sample ID: G12 Filename: C:\QCdata\Physisorb\G12.qps
Sample Desc: Mme Malek Comment:
Sample weight: 0.5609 g Sample Volume: 0.11396 cc
Outgas Time: 2.0 hrs OutgasTemp: 100.0 C
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 120/120 sec (ads/des) Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 181.1 min End of run: 2015/05/26 11:39:09 Instrument: Nova Station B
Cell ID: 5
t-Method Calc. method: de Boer
BJH/DH method Moving pt. avg.: off Ignoring P-tags below 0.35 P/Po
Adsorbate Nitrogen Temperature 77.350K
Molec. Wt.: 28.013 g Cross Section: 16.200 Å² Liquid Density: 0.808 g/cc
Contact Angle: 0.0 degrees Surf. Tension: 8.850 erg/cm²

Radius Å	Pore Volume cc/g	Pore Surf Area m ² /g	dV(r) cc/Å/g	dS(r) m ² /Å/g	dV(logr) cc/g	dS(logr) cc/g
17.7787	5.3038e-03	5.9665e+00	1.3615e-03	1.5317e+00	5.5513e-02	6.2449e+01
22.5952	8.0764e-03	8.4206e+00	4.8323e-04	4.2773e-01	2.5006e-02	2.2133e+01
29.9470	1.2475e-02	1.1358e+01	4.9060e-04	3.2765e-01	3.3576e-02	2.2423e+01
43.0268	2.2616e-02	1.6072e+01	5.8981e-04	2.7416e-01	5.7648e-02	2.6796e+01
73.8270	4.4484e-02	2.1996e+01	4.9244e-04	1.3340e-01	8.1124e-02	2.1977e+01

BJH desorption summary

Surface Area = 21.996 m²/g
Pore Volume = 0.044 cc/g
Pore Radius Dv(r) = 17.779 Å

Echantillon 52 qui représente l'ésothérme, surface de BET, le volume total des pores et la distribution des pores

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***
Analysis Report
Operator: 36042-2.1NWCD Date: 2015/05/25 Operator: 36042-2.1NWCD Date: 5/28/2015
Sample ID: G52 Filename: C:\QCdata\Physisorb\G52.qps
Sample Desc: Mme Malek Comment:
Sample weight: 0.3563 g Sample Volume: 0 cc
Outgas Time: 4.0 hrs OutgasTemp: 100.0 C
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 120/120 sec (ads/des) Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 148.6 min End of run: 2015/05/25 15:16:58 Instrument: Nova Station B
Cell ID: 22

Relative Pressure	Volume cc/g
5.35330e-02	6.1679
1.49624e-01	7.3290
2.55020e-01	8.3793
3.62214e-01	9.4930
4.63624e-01	10.7587
5.71344e-01	12.5599
6.73501e-01	15.1497
7.76676e-01	19.6939
8.85661e-01	30.8143
9.85563e-01	98.7295
8.92761e-01	41.4924
7.95413e-01	25.1322
6.92206e-01	17.9147
5.91202e-01	14.2642
4.80784e-01	11.6321
3.87857e-01	9.5646

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

Analysis		Report	
Operator:36042-2.1NWCD	Date:2015/05/25	Operator:36042-2.1NWCD	Date:5/28/2015
Sample ID: G52	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\G52.qps	
Sample Desc: Mme Malek	Comment:		
Sample weight: 0.3563 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 4.0 hrs	OutgasTemp: 100.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout:240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 148.6 min	End of run: 2015/05/25 15:16:58	Instrument: Nova Station B	
Cell ID: 22			
Adsorbate Nitrogen	Temperature 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å ²	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Relative Pressure P/Po	Volume@STP cc/g	1 / [w((Po/P) - 1)]
5.35330e-02	6.1679	7.3372e+00
1.49624e-01	7.3290	1.9209e+01
2.55020e-01	8.3793	3.2687e+01
3.62214e-01	9.4930	4.7867e+01

BET summary
Slope = 131.040
Intercept = -1.010e-01
Correlation coefficient, r = 0.999498
C constant = -1296.171
Surface Area = 26.597 m²/g

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

Analysis		Report	
Operator:36042-2.1NWCD	Date:2015/05/25	Operator:36042-2.1NWCD	Date:5/28/2015
Sample ID: G52	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\G52.qps	
Sample Desc: Mme Malek	Comment:		
Sample weight: 0.3563 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 4.0 hrs	OutgasTemp: 100.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout:240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 148.6 min	End of run: 2015/05/25 15:16:58	Instrument: Nova Station B	
Cell ID: 22			
Adsorbate Nitrogen	Temperature 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å ²	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Total Pore Volume summary
Total Pore Volume
Total pore volume = 1.527e-01 cc/g for
pores smaller than 674.8 Å (Radius)
at P/Po = 0.98556

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

```

Analysis Report
Operator:36042-2.1NWCD Date:2015/05/25 Operator:36042-2.1NWCD Date:5/28/2015
Sample ID: G52 Filename: C:\QCdata\Physisorb\G52.qps
Sample Desc: Mme Malek Comment:
Sample weight: 0.3563 g Sample Volume: 0 cc
Outgas Time: 4.0 hrs OutgasTemp: 100.0 C
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)Equil time: 120/120 sec (ads/des)Equil timeout:240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 148.6 min End of run: 2015/05/25 15:16:58 Instrument: Nova Station B
Cell ID: 22
t-Method Calc. method: de Boer
BJH/DH method Moving pt. avg.: off Ignoring P-tags below 0.35 P/Po
Adsorbate Nitrogen Temperature 77.350K
Molec. wt.: 28.013 g Cross Section: 16.200 Å² Liquid Density: 0.808 g/cc
Contact Angle: 0.0 degreesSurf. Tension: 8.850 erg/cm²
  
```

Radius Å	Pore Volume cc/g	Pore Surf Area m²/g	dV(r) cc/Å/g	dS(r) m²/Å/g	dV(logr) cc/g	dS(logr) cc/g
17.5064	3.7297e-03	4.2610e+00	1.0208e-03	1.1662e+00	4.0999e-02	4.6839e+01
22.3957	8.1674e-03	8.2239e+00	7.2454e-04	6.4704e-01	3.7129e-02	3.3157e+01
29.9467	1.5144e-02	1.2883e+01	7.7710e-04	5.1899e-01	5.3181e-02	3.5517e+01
43.1814	3.0291e-02	1.9899e+01	8.6594e-04	4.0107e-01	8.4909e-02	3.9326e+01
74.5034	6.4305e-02	2.9030e+01	7.5333e-04	2.0223e-01	1.2518e-01	3.3603e+01

BJH desorption summary

Surface Area = 29.030 m²/g
Pore Volume = 0.064 cc/g
Pore Radius Dv(r) = 17.506 Å

Echantillon E54 qui représente l'ésothérme, la surace de BET, le volume total des pores et la distribution des pores

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

```

Analysis Report
Operator:36042-2.1NWCD Date:2015/05/25 Operator:36042-2.1NWCD Date:5/28/2015
Sample ID: G52 Filename: C:\QCdata\Physisorb\G52.qps
Sample Desc: Mme Malek Comment:
Sample weight: 0.3563 g Sample Volume: 0 cc
Outgas Time: 4.0 hrs OutgasTemp: 100.0 C
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)Equil time: 120/120 sec (ads/des)Equil timeout:240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 148.6 min End of run: 2015/05/25 15:16:58 Instrument: Nova Station B
Cell ID: 22
  
```

Relative Pressure	Volume cc/g
5.35330e-02	6.1679
1.49624e-01	7.3290
2.55020e-01	8.3793
3.62214e-01	9.4930
4.63624e-01	10.7587
5.71344e-01	12.5599
6.73501e-01	15.1497
7.76676e-01	19.6939
8.85661e-01	30.8143
9.85563e-01	98.7295
8.92761e-01	41.4924
7.95413e-01	25.1322
6.92206e-01	17.9147
5.91202e-01	14.2642
4.80784e-01	11.6321
3.87857e-01	9.5646

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

Analysis Report
Operator:36042-2.1NWCD Date:2015/05/25 Operator:36042-2.1NWCD Date:5/28/2015
Sample ID: G52 Filename: C:\QCdata\Physisorb\G52.qps
Sample Desc: Mme Malek Comment:
Sample weight: 0.3563 g Sample Volume: 0 cc
Outgas Time: 4.0 hrs OutgasTemp: 100.0 C
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)Equil time: 120/120 sec (ads/des)Equil timeout:240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 148.6 min End of run: 2015/05/25 15:16:58 Instrument: Nova Station B
Cell ID: 22

Adsorbate Nitrogen Temperature 77.350K
Molec. wt.: 28.013 g Cross Section: 16.200 Å² Liquid Density: 0.808 g/cc

Relative Pressure P/Po	Volume@STP cc/g	1 / [w((Po/P) - 1)]
5.35330e-02	6.1679	7.3372e+00
1.49624e-01	7.3290	1.9209e+01
2.55020e-01	8.3793	3.2687e+01
3.62214e-01	9.4930	4.7867e+01

BET summary
Slope = 131.040
Intercept = -1.010e-01
Correlation coefficient, r = 0.999498
C constant = -1296.171
Surface Area = 26.597 m²/g

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

Analysis Report
Operator:36042-2.1NWCD Date:2015/05/25 Operator:36042-2.1NWCD Date:5/28/2015
Sample ID: G52 Filename: C:\QCdata\Physisorb\G52.qps
Sample Desc: Mme Malek Comment:
Sample weight: 0.3563 g Sample Volume: 0 cc
Outgas Time: 4.0 hrs OutgasTemp: 100.0 C
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)Equil time: 120/120 sec (ads/des)Equil timeout:240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 148.6 min End of run: 2015/05/25 15:16:58 Instrument: Nova Station B
Cell ID: 22

Adsorbate Nitrogen Temperature 77.350K
Molec. wt.: 28.013 g Cross Section: 16.200 Å² Liquid Density: 0.808 g/cc

Total Pore Volume summary
Total Pore Volume

Total pore volume = 1.527e-01 cc/g for
pores smaller than 674.8 Å (Radius)
at P/Po = 0.98556

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2006, Quantachrome Instruments
version 2.2

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

Analysis Operator: 36042-2.1NWCD	Date: 2015/05/25	Report Operator: 36042-2.1NWCD	Date: 5/28/2015
Sample ID: G52	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\G52.qps	
Sample Desc: Mm Malek	Comment:		
Sample weight: 0.3563 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 4.0 hrs	OutgasTemp: 100.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 148.6 min	End of run: 2015/05/25 15:16:58	Instrument: Nova Station B	
Cell ID: 22			
t-Method	Calc. method: de Boer		
BJH/DH method	Moving pt. avg.: off	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
Adsorbate	Nitrogen	Temperature 77.350K	
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å ²	Liquid Density: 0.808 g/cc
	Contact Angle: 0.0 degrees	Surf. Tension: 8.850 erg/cm ²	

Radius Å	Pore Volume cc/g	Pore Surf Area m ² /g	dV(r) cc/Å/g	dS(r) m ² /Å/g	dV(Logr) cc/g	dS(Logr) cc/g
17.5064	3.7297e-03	4.2610e+00	1.0208e-03	1.1662e+00	4.0999e-02	4.6839e+01
22.3957	8.1674e-03	8.2239e+00	7.2454e-04	6.4704e-01	3.7129e-02	3.3157e+01
29.9467	1.5144e-02	1.2883e+01	7.7710e-04	5.1899e-01	5.3181e-02	3.5517e+01
43.1814	3.0291e-02	1.9899e+01	8.6594e-04	4.0107e-01	8.4909e-02	3.9326e+01
74.5034	6.4305e-02	2.9030e+01	7.5333e-04	2.0223e-01	1.2518e-01	3.3603e+01

BJH desorption summary

Surface Area =	29.030 m ² /g
Pore Volume =	0.064 cc/g
Pore Radius Dv(r) =	17.506 Å

Isotherme d'adsorption

Tableau IV.1 : Valeurs de la pression relative, du volume adsorbé et l'épaisseur statique données par Harkins et Jura de phosphate noir avant le broyage (E_T)

P/P°	V_{ads} (cm ³ /g)	t (nm)
0	0	0
0,049667	3,3607	0,362
0,115743	3,7965	0,410
0,182168	4,1287	0,445
0,246466	4,4291	0,478
0,31621	4,7573	0,513
0,383298	5,0841	0,549
0,450715	5,4342	0,586
0,517287	5,8219	0,628
0,584268	6,2764	0,677
0,649875	6,8223	0,736
0,719249	7,6103	0,821
0,784621	8,7053	0,940
0,855873	11,6741	1,260
0,921071	14,1132	1,524

TableauIV.2 :Valeurs de la pression relative, du volume adsorbé et l'épaisseur statique données par Harkins et Jura de phosphate noir après le broyage (E₁₂)

P/P°	V ads (cm ³ /g)	t (nm)
0	0	0
0,051505	5,4466	0,375
0,151175	6,391	0,440
0,254721	7,1751	0,495
0,360567	7,9965	0,551
0,46654	8,93	0,616
0,570354	10,1044	0,697
0,67903	12,1932	0,841
0,777795	15,2109	1,049
0,884915	22,7182	1,567
0,985108	56,3526	3,888
0,89154	29,8343	2,058
0,79419	19,3385	1,334
0,692159	14,5431	1,003
0,591289	12,2115	0,842
0,489379	10,5894	0,730
0,392223	8,3385	0,575
0,301505	7,5404	0,520
0,190187	6,6471	0,458
0,101803	5,9261	0,408

TableauIV.3: Valeurs de la pression relative, du volume adsorbé et l'épaisseur statique données par Harkins et Jura de phosphate noir après le broyage (E₅₂)

P/P°	V ads (cm ³ /g)	t (nm)
0	0	0
0,053533	6,1679	0,370
0,14964	7,329	0,439
0,25502	8,3793	0,502
0,362214	9,493	0,569
0,463624	10,7587	0,645
0,571344	12,5599	0,753
0,673501	15,1497	0,908
0,776676	19,6939	1,181
0,885661	30,8143	1,848
0,985563	98,7295	5,923
0,892761	41,4924	2,489
0,795413	25,1322	1,507
0,692206	17,9147	1,074
0,591202	14,2642	0,855
0,480784	11,6321	0,697
0,387857	9,5646	0,573

TableauIV.4: Valeurs de la pression relative, du volume adsorbé et l'épaisseur statique données par Harkins et Jura de phosphate noir après le broyage (E₅₄)

P/P°	Vads (cm ³ /g)	t (nm)
0	0	0
0,055437	5,9551	0,357
0,15232	7,0702	0,424
0,25464	8,0295	0,481
0,360295	9,0516	0,543
0,46783	10,3146	0,618
0,570701	11,9775	0,718
0,67786	14,6375	0,878
0,78377	19,2002	1,152
0,88391	28,3576	1,701
0,985245	74,0432	4,442
0,894531	38,2319	2,293
0,791595	23,7444	1,424
0,695808	17,9004	1,074
0,598996	14,3301	0,859
0,488004	11,583	0,694
0,389205	9,294	0,557
0,300724	8,3651	0,501
0,203339	7,4478	0,446
0,104104	6,4645	0,387

TableauIV. 5 : Valeurs ds/dr de phosphate noir après le broyage (E₁₂) obtenue par la méthode JBH

r (A°)	ds/dr (m ² /A°/g)
17,7787	1,5317
22,5952	0,42773
29,947	0,32765
43,0268	0,27416
73,827	0,1334

TableauIV. 6 : Valeurs ds/dr de phosphate noir après le broyage (E₅₂) obtenue par la méthode JBH

r (A°)	ds/dr (m ² /A°/g)
17,6944	1,2864
22,8326	0,70016
30,4294	0,5365
42,9232	0,35601
74,8157	0,16834

TableauIV. 7: Valeurs ds/dr de phosphate noir après le broyage (E₅₄) obtenue par la méthode JBH

r (A°)	ds/dr (m ² /A°/g)
17,6944	1,2864
22,8326	0,70016
30,4294	0,5365
42,9232	0,35601
74,8157	0,16834

TableauIV. 8 : Valeurs dv/dr de phosphate noir après le broyage (E_{12}) obtenue par la méthode JBH

r (A°)	dv/dr ($cc/\text{Å}/g$)
17,7787	0,0013615
22,5952	0,00048323
29,947	0,0004906
43,0268	0,00058981
73,827	0,00049244

TableauIV. 9: Valeurs dv/dr de phosphate noir après le broyage (E_{52}) obtenue par la méthode JBH

r (A°)	dv/dr ($cc/\text{Å}/g$)
17,5064	0,0010208
22,3957	0,00072454
29,9467	0,0007771
43,1814	0,00086594
74,5034	0,00075333

TableauIV. 10: Valeurs dv/dr de phosphate noir après le broyage (E_{54}) obtenue par la méthode JBH

r (A°)	dv/dr ($cc/\text{Å}/g$)
17,6944	0,0011381
22,8326	0,00079932
30,4294	0,00081627
42,9232	0,00076405
74,8157	0,00062972

RESUME

L'Algérie avec les gisements de Djebel Onk dispose de réserves importantes en phosphates. Notre étude, inscrite au laboratoire des mines et géologie (EX : LTMGP : université de Bejaia) consiste à étudier l'un des principaux gisements que referme la région de Djebel Onk. Il s'agit du gisement de Kef Es Sennoun. Ce travail porte sur l'influence des paramètres de broyage (vitesse et temps) sur les caractéristiques minéralogiques et texturales pour une meilleure valorisation.

La réalisation de cette étude a nécessité l'utilisation deux procédés principaux (mécanique : le broyage et analyse minéralogique : analyse par DRX et par BET), permettant d'évaluer des paramètres qui influence sur le broyage (le temps de broyage, la vitesse), et les caractéristiques minéralogiques et texturales (surface spécifique des pores, surface interne et externe, volume totale des pores, volume microporeux et ultra-microporeux, ainsi que la distribution des taille en volume et en surface).

La comparaison de ces procédés permettra si les opérations d'optimisation et d'enrichissement appliqué au minerai de Kef Es Sennouna fourni un concentré de phosphate noir de meilleur qualité.

Mots clés : Minerai, phosphate noir, Tamisage, Broyage, Optimisation, Composition Minéralogique, Caractérisation, énergie de fragmentation, temps de fragmentation.

SUMMARY

The Algeria with deposits of Jebel Onk has significant reserves of phosphates. Our study included laboratory of Mining and Geology (EG LTMGP: University of Bejaia) is to study one of the main fields that closes the region of DjebelOnk. This is the deposit of Kef Are Sennoun. This work deals with the influence of grinding parameters (speed and time) on the mineralogical and textural characteristics for better recovery.

The completion of this study required the use two main processes (mechanical: crushing and mineralogical analysis: XRD and BET), to evaluate the parameters that influence the grinding (milling time, speed) and mineralogical and textural characteristics (pore surface area, internal surface and external, total pore volume, the micropore volume and ultra-microporous, and the size distribution in volume and surface area).

The comparison of these processes will if optimization operations and enrichment applied to ore Kef Are Sennoun for provided a black phosphate concentrate better quality.

Keywords: ore, black phosphate, Screening, Crushing, Optimization, Mineralogical composition, characterization, fragmentation energy, fragmentation of time.