



Université Abderrahmane Mira - Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et géologie

# *Memoire de Fin d'Etudes*

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

Option : Valorisation des ressources minérales

*Présenté par*

DAMACHE Akila

FELLAH Zahia

## **Thème**

*L'influence de traitement thermique sur la granulométrie de minerai de phosphate beige de gisement de kef Es Sennoun Djebel Onk.*

Soutenu le 03 / 07 /2016 devant le jury composé de:

Président:MrAYADEN.B

Promoteur:MmeMalek.N

Examineur: MrAit ATHMANE. A

Examineur : Mr Ait MERZEG.F

*Année Universitaire: 2015-2016*

# *Remerciements*

*Nous souhaitons avant toute chose, remercier dieu tout puissant pour le courage et la volonté dont il nous a bénis afin de réaliser ce travail.*

*Nos plus vifs remerciements vont à notre promotrice M<sup>me</sup> N. MALEK pour avoir accepté d'encadrer ce mémoire, pour nous avoir guidés tout au long de cette année, pour ses critiques et ses conseils qui nous ont permis de réaliser ce travail.*

*Nous tenons à remercier les membres du jury pour l'honneur qu'ils nous présentent en acceptant de juger notre travail.*

*Un grand merci pour les enseignants M<sup>r</sup> F .Ait MERZEG et Djermoune Atmen qui n'ont pas hésités à nous aider durant les difficultés et pour le temps précieux qu'ils nous ont fournis.*

*On témoigne notre reconnaissance à nos familles qui nous ont soutenues tout au long de ces années d'études.*

*Et que toute personne qui, d'une manière ou d'une autre, ayant contribué ou encouragée à l'aboutissement de ce travail, trouvera ici l'expression de nos sincères reconnaissances.*

# Dédicace

***Je dédie ce travail :***

*A mon défunt père (paix à son âme) qui ne cessera d'illuminer mes journées grâce à ses souvenirs et sa sagesse qui ne quitteront jamais mes pensées.*

*A la femme la plus belle et la plus courageuse au monde, ma très chère mère, pour sa patience, ses encouragements, sa tendresse, ses conseils et ses sacrifices qui éclairent mon chemin.*

*A mes très chères sœurs que j'aime tant, ainsi je leurs présente mes remerciements pour tous ce qu'elles ont pu faire pour mon bien, et le bien de toute famille en général.*

*A tous mes amis qui m'ont soutenu et à la mémoire des moments que nous avons passés ensemble.*

*A toute ma famille sans aperception.*

*A toute la famille de Akila DAMACHE*

*Akila*

# Dédicace

En signe du respect et de connaissance je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents qui sont la source de lumière qui s'éclaire ma vie ;

A mes chers frères et mes chères sœurs, leur enfants pour leur encouragement et soutiens tout  
le long de mes études.

A mon meilleur ami qui m'as toujours aidé et soutenu ;

A mes aimables amis ;

A mon binôme et sa famille.

Zahia

### *Liste des abréviations*

<b>TPL</b>	Tri Phosphate of Lime
<b>PN</b>	Phosphate Naturel
<b>T</b>	Température
<b>T/h</b>	Temps par heure
<b>V</b>	Voie
<b>TSV</b>	Turbo séparateur ventilé
<b>SAA</b>	Spectrométrie d'absorption atomique
<b>DRX</b>	Diffraction des rayons X
<b>MEB</b>	Microscope électronique à balayage
<b>EDX</b>	Energie dispersive X
<b>FG</b>	Fraction grossière
<b>FI</b>	Fraction intermédiaire
<b>FF</b>	Fraction fine
<b>E</b>	Échantillon
<b>GL</b>	Global

## Chapitre I : Généralité sur le minerai de phosphate

<b>Figure I.1 :</b> Situation géologique des gisements de phosphate de la région du D.O.....	8
<b>Figure I.2 :</b> Structure de la couche de phosphate dans la zone de Kef- Es sennoun et localisation des sondages carottés. ....	13
<b>Figure I.3 :</b> Les cartes des iso- teneurs en $P_2O_5$ et MgO en % du gisement de K.E.S. ....	15

## Chapitre II : traitement minéralurgique du minerai de phosphate de Djebel Onk

<b>Figure II.1 :</b> Four à moufle. ....	19
<b>Figure II.2 :</b> Four réverbère ....	20
<b>Figure II.3 :</b> Schéma Technologique de la préparation mécanique utilisé dans le complexe D.O .....	25
<b>Figure II.4 :</b> Schéma technologique du débourbage .....	26
<b>Figure II.5 :</b> Schéma technologique de l'atelier de Dépoussiérage .....	28

## Chapitre III : Caractérisation dimensionnelle des matériaux

<b>Figure III.1 :</b> Principe du tamisage .....	31
<b>Figure III.2 :</b> Distribution granulométrique sous forme d'histogramme.....	32
<b>Figure III.3 :</b> Fractions relative et cumulée d'une distribution granulométrique. ....	32
<b>Figure III.4 :</b> Histogramme de fréquence en nombre ( $d\phi$ en fonction de $x$ ) .....	33
<b>Figure III.5 :</b> Histogramme de fréquence en nombre ( $d\phi/dx$ en fonction de $x$ .....	33
<b>Figure III.6:</b> détermination de paramètre de la médiane sur la courbe cumulative .....	36
<b>Figure III.7:</b> détermination des percentiles et /ou quelques paramètres granulométriques (la moyenne). ....	36
<b>Figure III.8 :</b> Courbe de répartition granulométrique pour différentes valeurs de l'écart type. ....	37
<b>Figure III.9 :</b> Classement des particules. ....	38

<b>Figure III.10</b> : Indice d'asymétrie et forme de la courbe de fréquence. ....	40
--	----

## **Chapitre IV : Matériels et méthodes**

<b>Figure IV.1</b> : Four CARBOLITE AAF1100 .....	44
---	----

<b>Figure IV.2</b> : Tamiseuse électronique .....	45
---	----

<b>Figure IV.3</b> : Schéma du principe d'un microscope électronique à balayage .....	48
---	----

## **Chapitre V : Etude de l'influence de traitement thermique sur la granulométrie de minerai de phosphate beige de Kef Se sennoun**

<b>Figure V.1</b> : Variation de la masse des fractions (FF, FI et FG) en fonction des températures (600 °C, 800 °C et 1000 °C).....	54
--	----

<b>Figure V.2</b> : Diffractogrammes des rayons X du minerai de phosphate brut. ....	56
--	----

<b>Figure V.3</b> : Diffractogrammes des rayons X de la fraction grossière avant et après traitement thermique à 600°C et à 800°C. ....	57
---	----

<b>Figure V.4</b> : Diffractogrammes des rayons X de la classe intermédiaire avant et après traitement thermique à 600°C et à 800°C. ....	57
---	----

<b>Figure V.5</b> : Diffractogrammes des rayons X de la fraction fine avant et après traitement thermique à 600°C. ....	57
---	----

<b>Figure V.6</b> : Micrographies au MEB des fractions granulométriques intermédiaire et fine après traitement thermique à 800°C et à 1000°C. ....	59
--	----

<b>Figure V.7</b> : Spectre EDX-01 de la micrographie des particules phosphatées. Figure V.6 ....	62
---	----

<b>Figure V.8</b> : Spectre EDX-01 de la micrographie des particules phosphatées .Figure V.6 ..	62
---	----

<b>Figure V.9</b> : Spectre EDX-01 de la micrographie des particules phosphatées. Figure V.6 ...	63
--	----

<b>Figure V.10</b> : Spectre EDX-01 de la micrographie des particules phosphatées et des éléments silicatés. Figure V.6.....	64
--	----

<b>Figure V. 11</b> : Spectre EDX-01de la micrographie des éléments silicatés .Figure 6 .....	64
---	----

<b>Figure V.12</b> : Spectre EDX-01 de la micrographie des particules phosphatées .....	65
---	----

<b>Figure V.13</b> : Spectre EDX-02 de la micrographie des éléments silicatés et carbonatés, argiles. Figure 6. Photo 4 (point 5).....	66
--	----

<b>Figure 14</b> : Spectre EDX-02 de la micrographie des particules phosphatées. Figure 6.....	67
--	----

<b>Figure 15</b> : Spectre EDX-02 de la micrographie des particules phosphatées Figure 6.....	67
<b>Figure V.16</b> : Spectre EDX-02 de la micrographie des particules phosphatées. Figure 6.....	67
<b>Figure V.17</b> : Histogramme de pourcentage en masse en fonction des ouvertures des tamis. 69	
<b>Figure V.18</b> : Courbe de fréquence relative du minerai de phosphate brut. ....	72
<b>Figure V.19</b> : Courbe de fréquence relative de l'échantillon calciné à 600°C. ....	72
<b>Figure V.20</b> : Courbe de fréquence relative de l'échantillon calciné à 800°C. ....	73
<b>Figure V.21</b> : Courbe de fréquence relative de l'échantillon calciné à 1000°C. ....	73



## Chapitre I : Généralités sur le minerai de phosphate

<b>Tableau I.1 :</b> Comparatif de la composition chimique et minéralogique des différentes origines de phosphate .....	10
<b>Tableau I.2 :</b> Composition minéralogique de Phosphate de gisement Kef-Es sennoun.....	14
<b>Tableau I.4 :</b> Réserves géologiques du phosphate .....	16

## Chapitre III : Caractérisation dimensionnelle des matériaux

<b>Tableau III.1 :</b> Classement de la granulométrie selon les valeurs de Cu. ....	34
<b>Tableau III.2 :</b> Type de classement .....	38
<b>Tableau III.4 :</b> Type d'asymétrie.....	39

## Chapitre V : Etude de l'effluence de traitement thermique sur la granulométrie de minerai de phosphate beige de Kef Se sennoun

<b>Tableau V.1 :</b> analyse granulométrique de l'échantillon de phosphate beige avant traitement thermique.....	51
<b>Tableau V.2 :</b> Analyse chimique (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ,% MgO, %CO <sub>2</sub> ) des fraction granulométrique de minerai de phosphate brut (avant le traitement thermique ).....	52
<b>Tableau V.3 :</b> Analyse chimique des l'échantillon après traitement thermique .....	53
<b>Tableau V.4 :</b> pourcentage des masses des échantillons à différentes températures .....	54
<b>Tableau V.5 :</b> Micrographies au MEB des fractions granulométriques ( FI, FF) calciné à 800°C et à 1000°C. ....	60
<b>Tableau V.6 :</b> Composition chimique par analyse EDX de la fraction intermédiaire après traitement thermique à 800°C, associée à la figure V.7 .....	61
<b>Tableau V.7 :</b> Composition chimique par analyse EDX de la fraction intermédiaire après traitement thermique à 800°C, associée à la figure V.8 .....	62
<b>Tableau V.8 :</b> Composition chimique par analyse EDX de la fraction intermédiaire après traitement thermique à 800°C, associée à la figure V.9 .....	63

## Liste des tableaux

---

<b>Tableau V.9 :</b> Composition chimique par analyse EDX de la fraction intermédiaire après traitement thermique à 800°C Figure V.10 .....	63
<b>Tableau V.10 :</b> Composition chimique par analyse EDX de la fraction fine après traitement thermique à 800°C Figure V.9 .....	64
<b>Tableau V.11 :</b> Composition chimique par analyse EDX de la fraction fine après traitement thermique à 800°C Figure V.12.....	65
<b>Tableau V.12 :</b> Composition chimique par analyse EDX de la fraction fine après traitement thermique à 800°C Figure V.13.....	65
<b>Tableau V.13</b> Composition chimique par analyse EDX de la fraction fine après traitement thermique à 1000°C Figure V.14.....	66
<b>Tableau V.14 :</b> Composition chimique par analyse EDX de la fraction intermédiaire après traitement thermique à 1000°C Figure V.15 .....	67
<b>Tableau V.15 :</b> analyse granulométrique avant et après traitement thermique (600°C, 800°C, et 1000°C) Figure .V.17 .....	68
<b>Tableaux V.16:</b> les diamètres caractéristiques et surface spécifique des échantillons avant et après traitement thermique à différents températures Figure IV.....	70
<b>Tableau V.17:</b> Les coefficients granulométriques des échantillons Cu et Cc à différentes températures Figure IV. photo10 (point7).....	71
<b>Tableau V.18:</b> résultats de calcul des paramètres granulométrique (percentiles) pour le minéral de phosphate brut.....	72
<b>Tableau V.19:</b> Résultats de calcul des paramètres granulométrique (percentiles) après traitement thermique à 600°C, 800°C et à 1000°C. ....	74
<b>Tableau V.20 :</b> Résultats de calcul des paramètres caractéristiques de la granulométrie de minéral brut et pour les échantillons calcinés à 600°C, 800°C, et 1000°C) .....	74

## Sommaire

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale.....	1

### Chapitre I : Généralités sur le minerai de phosphate

Introduction .....	3
I. I Généralité sur le minerai de phosphate.....	3
I.1.1 Origine et formation des gisements du phosphate .....	3
I.1.1.1 Phosphate d'origine sédimentaire .....	3
I.1.1.2 Les phosphates magmatiques ou ignés .....	4
I.1.2. Caractéristiques générales des minerais de phosphates .....	4
I.1.2.1 Caractéristique pétrographique .....	4
I.1.2.2 Caractéristique minéralogique .....	4
I.1.2.3 Caractéristique morphologiques .....	5
I.1.3 Domaine d'utilisation .....	5
I.1.4 Généralité sur le gisement de Djebel Onk.....	6
I.1.4.1 Historique et méthodologie des recherches géologiques .....	6
I.1.4.2 Situation géographique .....	7
I.1.4.3 Géologie de gisement .....	9
I.1.4.4. Importance du complexe dans la région.....	9
I.1.4.5 La qualité de phosphate de Djebel Onk .....	9
I.1.4.6 Les différents gisements de phosphates de djebel Onk .....	10
I.1.5 Généralité sur le gisement de Kef Essennoun.....	11
I.1.5.1 Aperçu géologique .....	11
I.1.5.2 Structure géologique et tectonique du gisement.....	12
I.1.5.3 Composition minéralogique .....	13
I.1.5.4 Composition chimique .....	14
I.1.5.5 Les teneurs et les réserves géologiques.....	15
Conclusion .....	16

## **Chapitre II : traitement minéralurgique du minerai de Phosphate de Djebel Onk**

Introduction .....	17
II.1 Méthodes et techniques d'enrichissements de minerai de phosphate.....	17
II.1.1 Enrichissement par voie physique .....	17
II.1.1.1 Classement granulométrique .....	17
II.1.1.2 Séparation gravimétrique .....	17
II.1.1.3 Séparation magnétique .....	18
II.1.1.4 Flottation .....	18
II.1.2 Enrichissement thermique .....	18
II.1.2.1 Le pré traitement thermique.....	18
II.1.2.2 Calcination .....	19
II.1.2.3 Le poste traitement.....	20
II.2. La chimie de phosphates durant la calcination.....	21
II.2.1 Réactions chimiques associées à la calcination.....	21
II.2.2 Comportement des polluants durant la calcination.....	23
II.3 Enrichissement du minerai de phosphate de Djebel Onk.....	23
II.3.1 Préparation mécanique du minerai.....	24
II.3.2 Enrichissement par voie humide .....	25
II.3.2.1 Débourage .....	25
II.3.2.2 Calcination .....	26
II.3.2.3 Lavage post calcination .....	26
II.3.2.4 Séchage .....	26
II.3.3 Enrichissement par voie sèche.....	26
II.3.3.1 Séchage .....	27
II.3.3.2 Criblage (2mm) .....	27
II.3.3.3 Sélection .....	27
II.3.3.4 Broyage .....	27
II.3.3.5 Criblage (0,8 mm).....	27
Conclusion .....	28



## **Chapitre III : Caractérisation dimensionnelles des matériaux**

Introduction .....	29
III.1. Population de grains .....	29
III.1.1. Division en classes des tailles .....	29
III.1.2. Analyse granulométrique par tamisage .....	30
III.1.3. Distribution granulométriques .....	31
III.1.4. Représentation graphique .....	32
III.2. Caractéristiques granulométrique .....	33
III.2.1. Paramètres granulométriques .....	33
III.2.2. Les coefficients granulométriques .....	34
III.2.3. Les indices granulométriques: .....	35
Conclusion .....	41

## **Chapitre IV : Matériels et méthodes utilisés**

Introduction : .....	42
IV.1. Préparation des fractions granulométriques des échantillons .....	42
IV.1.1. Analyse granulométrique .....	43
IV.2 : Traitement thermique .....	43
IV.2.1 Mode opératoire .....	43
IV.3. L'effet de la température sur la granulométrie .....	44
IV.3.1. Mode opératoire .....	44
IV.4. Analyse et caractérisation .....	45
IV.4.1. Analyse chimique .....	45
IV.4.2. Analyse minéralurgique .....	45
IV.4.2.1. Etude par diffraction des rayons x .....	45
IV.4.2.2. Préparation des échantillons .....	47
IV.5. Observations microscopique des poudres .....	47
IV.5.1. Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	47
IV.5.2. La spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS).....	49
Conclusion .....	50

## **Chapitre V : l'influence de traitement thermique sur la granulométrie de minerai de phosphate beige de Kef Essennoun**

Introduction .....	51
V.1 Analyse granulométrique .....	51
V.2 Analyses chimiques .....	52
V.2.1 Caractérisation chimique avant traitement thermique .....	52
V.2.2 Caractérisation chimique après traitement thermique .....	53
V.3 Variation de la masse en fonction de la température .....	54
V.4 Etude de la composition minéralogique par diffraction des rayons .....	55
V.5 Observations au Microscope Electronique à Balayage .....	58
V.6 L'influence de température sur la granulométrie de minerai de phosphate .....	67
V.6.1. Analyse granulométrique .....	68
V.6.2 Calcul des paramètres caractéristiques de la granulométrie .....	70
V.6.2.1 Les diamètres caractéristiques et surface spécifique .....	70
V.6.2.2. coefficients granulométriques .....	71
V.6.2.3. les indices granulométriques .....	71
Conclusion .....	76
Conclusion générales.....	78
Références bibliographiques	
Annexes	

## Introduction générale

L'Algérie est un pays riche en diverses substances utiles, dont la majorité n'est pas encore en valeur. Le sous sol algérien contient des ressources minérales et des substances utiles telles que le fer, plomb, le zinc et les phosphates. Ces derniers sont extraits des gisements de la région de Djebel Onk dans la Wilaya de Tébessa. Les ressources prouvées sont estimées à plus de 2 milliards de tonnes de phosphate. Ils sont exploités par la société Minière des phosphates (SOMIPHOS) filiale de FERPHOS.

Le phosphate naturel est un terme général qui décrit les assemblages minéraux naturels contenant une concentration élevée de minéraux phosphatés. Le terme se rapporte aussi bien aux minerais phosphatés non enrichis qu'aux produits concentrés. Les phosphates sont en général des dépôts sédimentaires sous forme d'apatite du fluor, de l'hydroxyle ou du carbone. Ils présentent une large gamme d'utilisation dans divers domaines, notamment, l'industrie des engrais et la fabrication de l'acide phosphorique, qui constituent 80 à 90% de la consommation mondiale des phosphates. Les gisements qui représentent la majeure partie de la production mondiale de phosphate naturel sont au Maroc et dans d'autres pays africains, aux Etats-Unis, au Proche Orient et en Chine.

La transformation du minerai extrait en produits utilisables englobe toutes les techniques de traitement des minerais. C'est une science qui s'est considérablement développée et compliquée avec l'utilisation du minerai d'une teneur de plus en plus faible et d'une composition de plus en plus complexe.

L'objectif de notre travail est de suivre l'évolution des caractéristiques granulométriques de minerai de phosphate de gisement de Kef Es sennoun de la mine de Djebel Onk en fonction de la température de calcination.

Pour cela nous avons opté pour les parties suivantes :

- Partie bibliographique contient trois chapitres intitulés respectivement : « généralité sur le minerai de phosphate », « le traitement minéralurgique de minerai de phosphate de Djebel Onk » et « les caractéristiques dimensionnelles des matériels ».

À travers une revue bibliographique, nous sommes efforcés, de présenter d'abord les caractéristiques générales des phosphates (structure, morphologie, pétrographie, domaine d'utilisation) et d'autre part, fait aperçu sur les phosphates algérien (le phosphate de Djebel Onk. Ensuite traitera le procédé de traitement et de valorisation des minerais de phosphate de



Kef Es Sennoun. Le troisième chapitre portera sur les caractéristiques dimensionnelles des matériels, à savoir les paramètres de position, paramètres d'asymétrie et les paramètres de dispersion.

- Partie pratique : Il comporte deux chapitres :

Dans le premier chapitre sont représentés les matériels et méthodes de caractérisation. On y décrit l'appareillage et les produits utilisés, les méthodes de caractérisation et les protocoles expérimentaux utilisés.

Dans le deuxième chapitre « l'étude de l'influence thermique sur la granulométrie de minerai de phosphate beige de Kef Es sennoun ».

Dans la seconde partie expérimentale, une caractérisation du minerai de Djebel Onk a été réalisée afin déterminer les caractéristiques chimiques, granulométriques et minéralogiques. Les études physico-chimiques et minéralogiques qui ont été entreprises avant et après le traitement thermique par différentes méthodes d'analyses qualitatives et quantitatives (DRX, MEB), doivent permettre de mieux définir l'influence de traitement thermique sur la granulométrie de minerai de phosphate beige de Kef Es sennoun.

En fin, nous terminerons cette étude par une conclusion générale résumant l'ensemble des résultats obtenus.

## Chapitre I

### Généralités sur le minerai de phosphate

#### Introduction

L'industrie minière qui se base sur l'extraction et traitement des différents minerais, influe abondamment sur le développement de l'économie nationale. Parmi ces minerais les phosphates qui sont en général des dépôts sédimentaires sous formes d'apatite du fluor, de l'hydroxyle ou du chlore  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3 (\text{F}, \text{OH}, \text{Cl})_2$ , occupent une place prépondérante. Ils se trouvent une large utilisation dans divers domaines, notamment dans l'industrie des engrais et la fabrication de l'acide phosphorique, qui constitue 80 à 90% de la consommation mondiale des phosphates.

D'autres secteurs, tels que : l'industrie des peintures, les céramiques, le traitement des eaux, les produits cosmétiques, pharmaceutiques.

#### I.1. Généralités sur le minerai de phosphate

##### I.1.1. Origine et formation des gisements du phosphate

Les phosphate naturels tiennent leur source des dépôts des déchets d'espaces marines sur le fond océanique ils sont généralement formés en zone côtière peu profond les gisements exploités dans plusieurs parties du monde, se présentent avec des propriétés chimiques et physiques très contrastée. Selon l'origine géologique, les gisements du phosphate se répartissent en deux groupes : ignée et sédimentaire.

##### I.1.1.1. Phosphate d'origine sédimentaire

Cette catégorie de phosphates fournit plus de 85% de la production mondiale. Elle est très répandue et se rencontre dans des étages géologiques très variés, mes tous les gisements recensés ne sont pas nécessairement exploitable à cause de leur situation géographique, leur richesse en phosphate tricalcique et leur dimension. Les travaux à entreprendre pour extraire le minerai et les opérations que ce dernier doit subir pour devenir marchand limitent l'exploitation actuelle des phosphates sédimentaires à un nombre restreint de gisement. [1]

### **I.1.1.2. Les phosphates magmatiques ou ignés**

Ils contiennent jusqu'à 37% de phosphate exprimé en  $P_2O_5$ . On les rencontre dans des terrains très anciens ou 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. [2]

Les apatites d'origine ignée  $Ca (H_2PO_4)_2$  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 superphosphate (20%  $P_2O_5$ ) soluble dans l'eau, leur inconvénient c'est qu'ils exigent des précautions et des traitements en cours de fabrication et de mûrissement que les phosphates sédimentaires habituels ne réclament pas. [5]

### **I.1.2. Caractéristiques générales des minerais de phosphates**

Les caractéristiques pétrographique, minéralogique et morphologique de ces minerais, ainsi que la compréhension des règles de répartition de différents constituants à travers des gisements, sont des appuis très précieux dans ce domaine.

#### **I.1.2.1. Caractéristique pétrographique**

Les roches peuvent avoir plus ou 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  $\mu m$  phospharénites fines).
- Moyenne et hétérogène (300 à 50  $\mu m$  phospharénites).
- Grossière et hétérogène (800  $\mu m$  à 0,3 mm phospharénorudites). [17]

#### **I.1.2.2. Caractéristiques minéralogiques**

Une analyse de  $P_2O_5$  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. [3]

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 l'amphibole. Par contre, la calcite, la dolomie et la magnétite sont des minéraux souvent liés aux gisements d'apatite carbonatée.

### I.1.2.3. Caractéristiques morphologiques

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

- **L'endogangue :** L'endogangue est constituée par l'ensemble de la fraction non apatitique interne aux éléments phosphatés. Les minéraux les plus fréquents sont :
  - **Le quartz :** Il peut être fréquent dans l'endogangue des pellets phosphatés. Un pellet peut être 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. [7]
  - **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. [7]
- **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. [7]

### I.1.3. Domaine d'utilisation

Les applications actuelles du phosphore et de ses dérivés se sont multipliées dans de nombreux secteurs industriels. [4] Parmi les nombreuses applications des phosphates dans l'industrie, les engrais et la fabrication de l'acide phosphorique prédominent. Ils présentent environ 80% de la consommation mondiale des phosphates.

- dans les engrais, il apporte ses fertilisants particuliers.
- dans l'alimentation, il est employé pour les propriétés spécifiques de  $P_2O_5$  apporté dans le métabolisme.
- dans les détergents, on l'utilise pour les propriétés séquestrantes, chélatantes de  $P_2O_5$

- dans les textiles, les plastiques et le traitement du bois.  $P_2O_5$  apporte des qualités de résistance à l'inflammation.
- en chimie est dans le pétrole, le phosphore permet la fabrication de dérivé intermédiaires particulièrement actifs (sulfures, chlorures, oxydes, etc.)
- le pouvoir de dispersion des phosphate a conduit a leur utilisation dans de multiples industries séparer ou combiner des très nombreux secteurs industriels : cimenterie, pigments allumettes, émailleries, etc.

En plus récemment dans l'adsorption de métaux lourds et des colorants. [5]

#### **I.1.4. Généralité sur le gisement de Djebel Onk**

##### **I.1.4.1. Historique et méthodologie des recherches géologiques**

Les phosphates Algériens ont été découverts à Boghari par Ph. Thomas (1873), un pouvant les phosphates de Gafsa (1855). Dans la période 1906 / 1907, Joleau à découvert le gisement de Djebel Onk avec lamise en évidence de deux couches phosphatées dans un ravin de l'Oued de Djemi Djema au Sud de Djebel Onk. En 1912, Dusert a présenté les premières informations sur les gisements phosphatés algériens avec des coupes lithologiques détaillées des gîtes de la zone de Djebel Onk.

La prospection systématique a été débuté par « la compagnie des Phosphates de Constantine » en 1930 et avait confirmé l'existence des réserves considérables, ce qui amené à la création de la société de Djebel Onk (S.D.O), en 1936 ; mais l'éloignement de la mer, la désertification de la région, le manque de l'eau et de l'énergie et les méthodes de l'exploitation reflètent une exploitation irrationnelle.

La connaissance sur la géologie régionale et des gisements progresse avec les études de R. Laffitte (1939), L. Cayeux (1939 – 1941 – 1950), et R. Flandrin (1948). En 1951, L. Visse a étudié le gisement de phosphate du Djemi Djema dont il reprend avec beaucoup de détails la stratigraphie et évalué les réserves (110 Mt de minerai à 24.80 – 25.20 %  $P_2O_5$ , soit 54 – 55 % TPL, pour un total de 600 Mt dans toute la zone de Djebel Onk.

A partir de 1960, dans le cadre de l'industrialisation de l'Algérie (plan de Constantine), le projet d'exploitation des phosphates devient prioritaire. De 1961 à 1963, des essais de prospection radio métrique aéroportée effectués au-dessus du gisement du Djebel Onk pour tester la méthode utilisée avec succès par le BRGM dans l'Atlas Tellien le long desaffleurements de l'Eocène (Vogt et Belhadj, 1963).

Les études ont été reprises par Ranchin (1963) qui avait établi les cartes géologiques à l'échelle 1/5000. Ce n'est qu'au Février 1965 que l'exploitation de Djemi Djema a débuté (société de Djebel Onk) en basant sur les données prévisionnelles de Servajean. A la suite de l'aménagement de la carrière, l'intérêt porté à la géologie de Djebel Onk s'accroît. Des travaux devenaient, alors, l'objet de nombreux travaux, parmi lesquels ceux de Kettouche (1970), Berats, Fur (1982) et Mezghache (1991).

De 1971 à 1974, les travaux de recherches et de prospection sur les phosphates de l'Est Algérien ont été relancés par la SONAREM en s'appuyant sur un levé aéro-radiométrique (Rudowicz, 1975). De 1985 à 1987, L'E.N. FERPHOS a confié à l'EREM des travaux de recherche et d'évaluation des ressources en phosphate de tous les gisements potentiels de la région de Djebel Onk, ces importants travaux, réalisés avec la coopération soviétique, ont vu en particulier la réalisation de 97 sondages carottés, totalisant 10732 m de série, ainsi que d'un important programme de tranchés.

En novembre 1989, l'E.N. FERPHOS fait connaître son cahier de charges pour l'étude de développement du complexe phosphaté de Djebel Onk. En Avril 1992, c'est la signature du contrat entre l'E.N. FERPHOS et le consultant BRGM/SOFREMINES concernant le rassemblement des éléments techniques et économiques permettant d'arrêter un projet de développement de l'exploitation des gisements de phosphates de Djebel Onk (In BRGM, 1993). [6]

#### **I.1.4.2. Situation géographique**

La région de Djebel Onk est située au sud-est de l'Algérie, à 100 Km de la wilaya de Tébessa et à 20 Km de la frontière Algéro-tunisienne, sur la route qui relie Tébessa à El Oued. Cette région constitue la limite géographique naturelle entre les hauts plateaux constantinois et le domaine saharien. [26]

Ce bassin minier renferme plusieurs indices et quatre gisements :

- Djemi-Djimi ;
- Djebel Onk Nord ;
- Bled Hadba ;
- Oued Betita ;
- Kef Es-Sennoun.

Ce dernier, qui fait l'objet de notre étude, est situé sur le flanc méridional de Dj.Onk, à environ 09Km au sud-ouest de la ville de Bir EL Ater.

Le bassin de Djebel Onk appartient à la zone de climat subdésertique caractérisée par deux saisons très nettes : un hiver froid et rigoureux et un été chaud où la température peut dépasser 45°. La pluviométrie accuse des chiffres très faibles et le réseau hydrographique est rarement mis à contribution. L'inconvénient majeur réside précisément dans la brutalité des averses d'orage qui déchaînent les vallées descendantes de Djebel Onk. [10]

La violence des pluies périodiques provoque des ruissellements torrentiels qui innocentent et peuvent changer l'ancienne allure de quelques ravins. Les vents de sables sont fréquents en sécheresse. La population est peu dense. La situation économique de la région s'est améliorée grâce à l'installation du complexe minier de phosphates de Bir EL Ater ; ce qui a contribué à l'agrandissement et au développement de la ville.

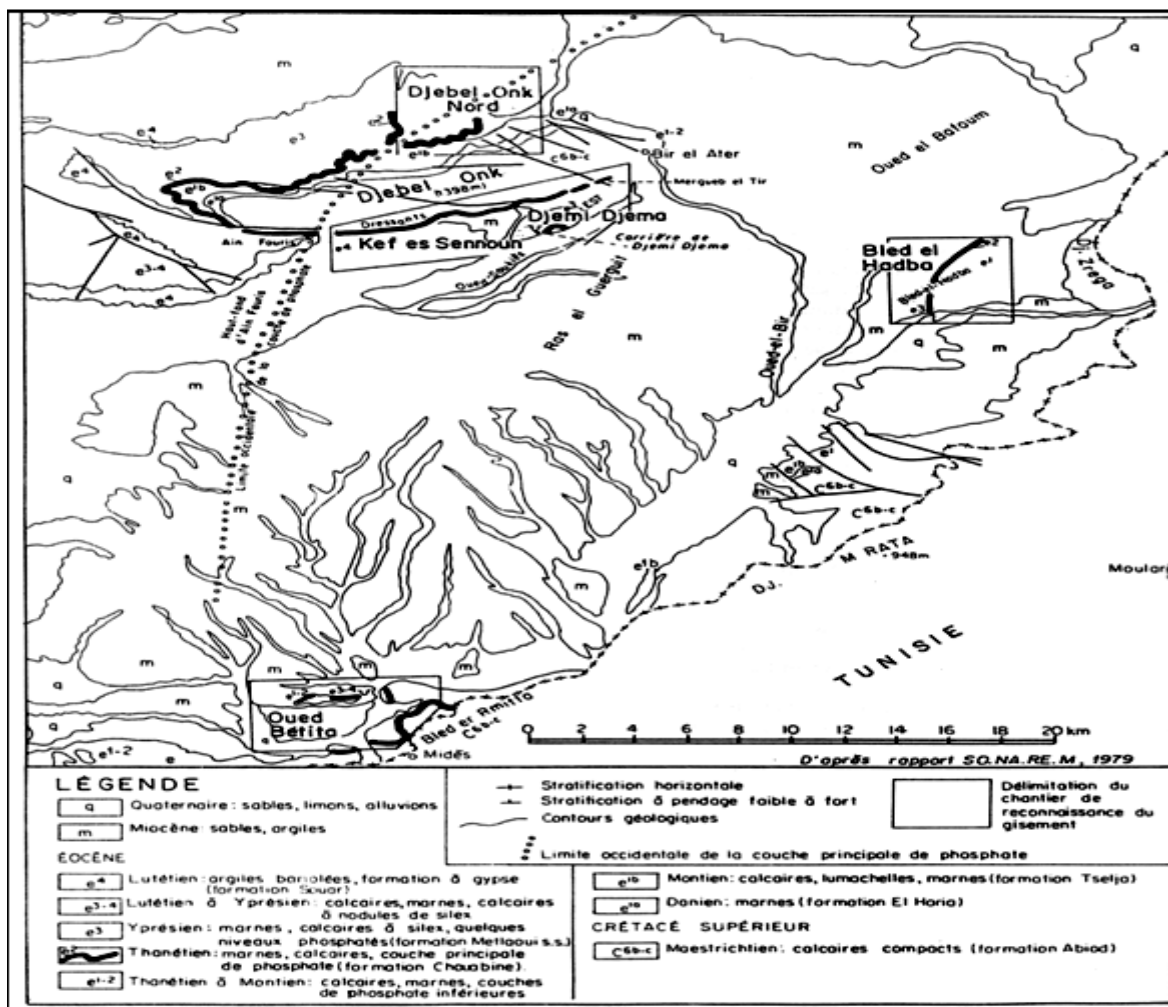


Figure I.1 : Situation géologique des gisements de phosphate de la région du djebel-Onk [6]

### **I.1.4.3.Géologie de gisement**

Le bassin minier de Djebel Onk est situé à environ 100 Km au Sud de la ville de Tébessa, à l'extrémité orientale de l'Atlas saharien proche de la frontière algéro-tunisienne. Les phosphates algériens sont liés aux dépôts marins du Tertiaire ; anciens Paléocène et Eocène. La série sédimentaire du gisement est exprimée par une succession stratigraphique allant du Crétacé supérieur (Maestrichtien) à l'Eocène moyen (Lutétien), superposée par une série sablo-argileuse continentale.

### **I.1.4.4.Importance du complexe dans la région**

Le gisement de Djebel Onk, avec des réserves importants ce classe parmi les grands gisements dans le monde. Sa localisation dans la région de BIR EL-ATER a contribué à l'agrandissement et au développement de la ville, de plus une partie considérable de la population constitué la main d'œuvre du complexe.

### **I.1.4.5.La qualité de phosphate de Djebel Onk**

La valeur du minerai s'exprime par sa teneur en tricalcique de phosphate (%TPL) ou en  $P_2O_5$  Tel que :  $TPL = \% P_2O_5 * 2,185$ . Actuellement SOMIPHOS ne produit que deux (02) qualités :( 63-65%), (65,68%) TPL. [10]



**Tableau I.1 :** Comparatif de la composition chimique et minéralogique des différentes origines de phosphate.[10]

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

#### I.1.4.6. Les différents gisements de phosphates 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 Hadba, OuedBetita)

- **le gisement de Djemi Djema :** Exploité depuis 1965 par l'unité FERPHOS est situé à 7 km à l'ouest de la ville de Bir EL Ater, ville située à 20Km de la frontière Algéro-tunisienne.
- **les gisements de Djemi Djema Est et Ouest :** Ils s'étendent jusqu'à environ 1Km au Nord de celle-ci.
- **Le gisement de Djebel Onk Nord :** Est situé à 6Km au Nord du centre minier de Djemi Djema.il présente les meilleures ressources en phosphates dans tout le bassin phosphaté de Djebel Onk.

- **le gisement potentiel de Oued Betita** : est le plus éloigné de tous les gisements étudiés, il est situé à 35Km au sud de centre minier du gisement Djemi Djema et distant de 1Km de la série phosphatée de la Mide en Tunisie.
- **le gîte de Bled El Hadba** : situé à 14Kmau sud-est des gisements du flanc de Djebel Onk (Djemi Djema et Kef Es Sennoun) et à 6Kmd de la frontière Algéro-Tunisienne.
- **le gisement potentiel de Kef EsSennoun** : est situé à 2Km de l'ouest de Djemi-Djema et à 1 Km de l'extrémité occidentale de la carrière du gisement de Djemi-Djema ouest. [1]

## **I.1.5. Généralités sur le gisement de Kef Es Sennoun**

### **I.1.5.1. Aperçu géologique**

Le gisement de KefEs Sennoun, est situé sur le flanc méridional de l'anticlinal Crétacé de Djebel Onk. Au Nord, on aperçoit les dressant de Kef EsSennoun, qui plongent monoclinalement vers le sud-ouest, sous un angle de 10 à 15°. A plan structural, le gisement de Kef Es Sennoun peut être assimilé au prolongement du synclinal de Bled Djemi Djema.

Du point de vue lithologique, le gisement de Kef Es Sennoun, est identique à celui du gisement de Djemi Djema, se distingue de ce dernier, par l'importance de la puissance de la couche phosphatée, qui atteint les 50 m.

Le gisement de Kef Es Sennoun, est constitué de bas en haut par la succession lithologique suivante :

- Des formations du Thanetien inférieur (le mur du faisceau phosphaté), représentées par des marnes feuilletées, sombre dans lesquelles s'intercalent localement dans la partie inférieure deux niveaux de phosphates dolomitiques, d'épaisseur infra métrique.
- Le faisceau phosphaté, appartenant au Thanetien supérieur, est constitué par une couche unique de phosphate sans intercalation stérile,
- Au toit du faisceau phosphaté, apparaît la série calcaire-dolomitique à silex de l'Yprésien, au-dessus de laquelle se dépose, localement les calcaires Lutétien, puis les sables du Miocène et en dernier les dépôts récents du Quaternaire, constitués essentiellement d'alluvions.

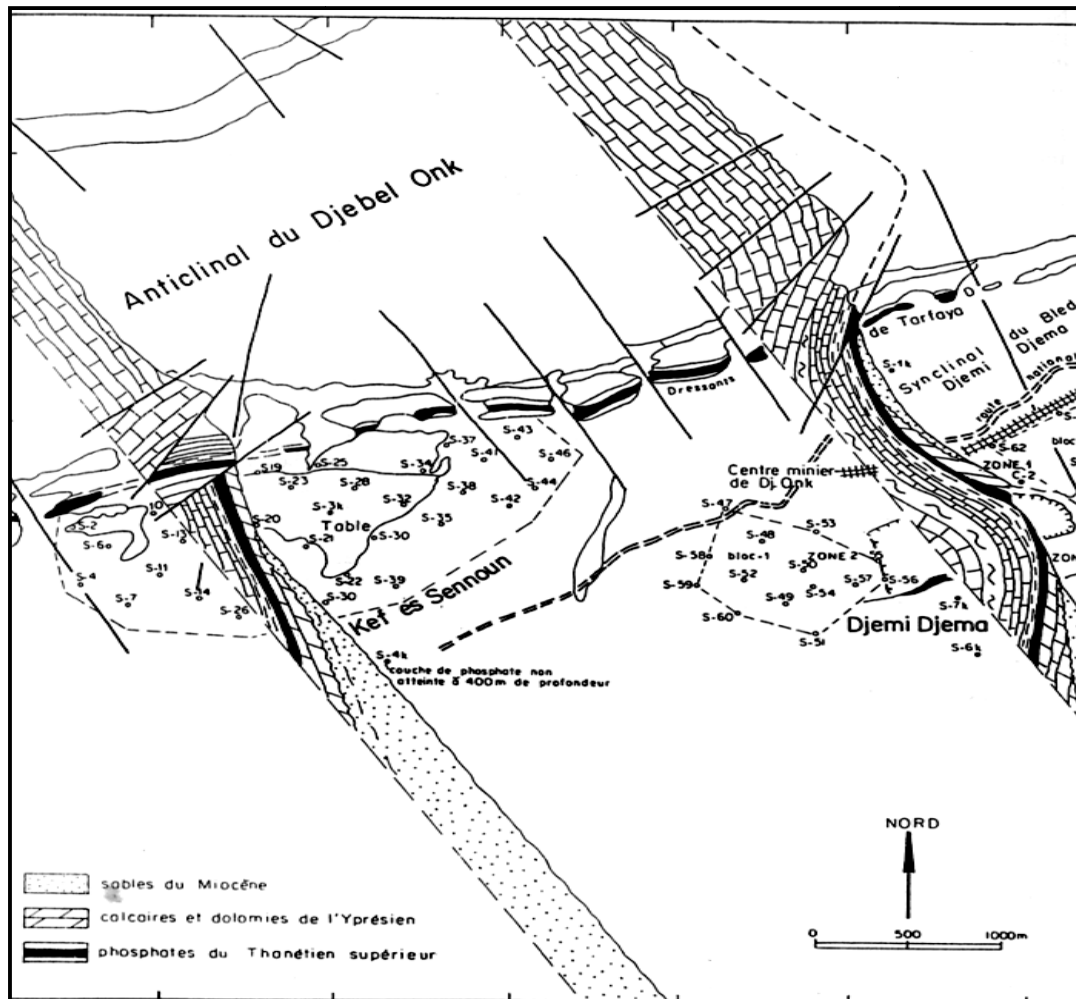
L'épaisseur totale du recouvrement stérile varie de 40 m au nord à 198m au sud. [11]

### **I.1.5.2. Structure géologique et tectonique du gisement**

Le gisement de Kef Es Sennoun est caractérisé par une structure simple, qui se présente sous forme d'une "table " monoclinale à pendage régulier, sous un angle de 5 à 10° vers le Sud. En 2007, une partie au centre de la table s'est effondrée en provoquant un glissement de terrain sur une zone de 11 hectares. Au sud de la table, on aperçoit une zone de pente où le pendage des couches atteint 20° entre les sondages S11 et S7, S21 et S26. Une série de trois failles majeures et souples de direction NNO – SSE, traversent le gisement mais n'engendrent pas de déformations majeures sur la géométrie de la couche phosphatée dans la zone de la table.

Par contre, dans la zone des dressants de Kef Es Sennoun, allongée N75°E, la tectonique souple et cassante a entraîné un changement brusque du pendage de la couche phosphatée affleurant où l'angle de pendage est Sub-vertical ou fortement incliné vers le sud-est ou le nord-ouest. Ces dressants, représentés par les formations du paléocène (Dano-Montien et Thanétien) et d'éocène inférieur (Yprésien) correspondent à la zone de flexure du flanc inverse de l'anticlinal de Djebel Onk. [11]

Au nord-est des dressants, la série est renversée et la couche de phosphate plonge suivant un angle de pendage de 30° à 60° vers le nord-ouest. Dans la partie centrale des dressants, la couche de phosphate est en série normale et plonge vers le Sud. [11]



**Figure I.2 :** Structure de la couche de phosphate dans la zone de Kef-Es Sennoun et localisation des sondages carottés.[11]

### I.1.5.3. Composition minéralogique

Djebel-Onk et partout dans les autres gîtes; la couche minéralisée (phosphate) est de type sédimentaire stratiforme d'une grande étendue et d'une puissance évaluée à plus de 28m. Le minerai du gisement de Djebel Onk est constitué de phosphate à gangue carbonatée, il appartient au groupe fluor apatite carbonaté ci-joint ci-dessous la composition minéralogique de minerai gisement Kef Es Sennoun.

**Tableau I.2** :Composition minéralogique de Phosphate de gisement Kef Es Sennoun. [8]

Composition minéralogique	% poids
Eléments phosphatés (matières phosphatée et endogangue)	82
Exogangue	
-carbonatée : dolomie ( $\text{Ca Mg}(\text{CO}_3)_2$ )	10.5
-Calcite : $\text{CaCO}_3$	0.5
-Sulfatée: Gypse( $\text{CaSO}_3$ )	0.7
-Siliceuse: Quartz ( $\text{SiO}_2$ )	0.5
-Feldspaths, glauconite, minéraux argileux.	4.5
-divers oxydes et matière organique	1.3
Total	100

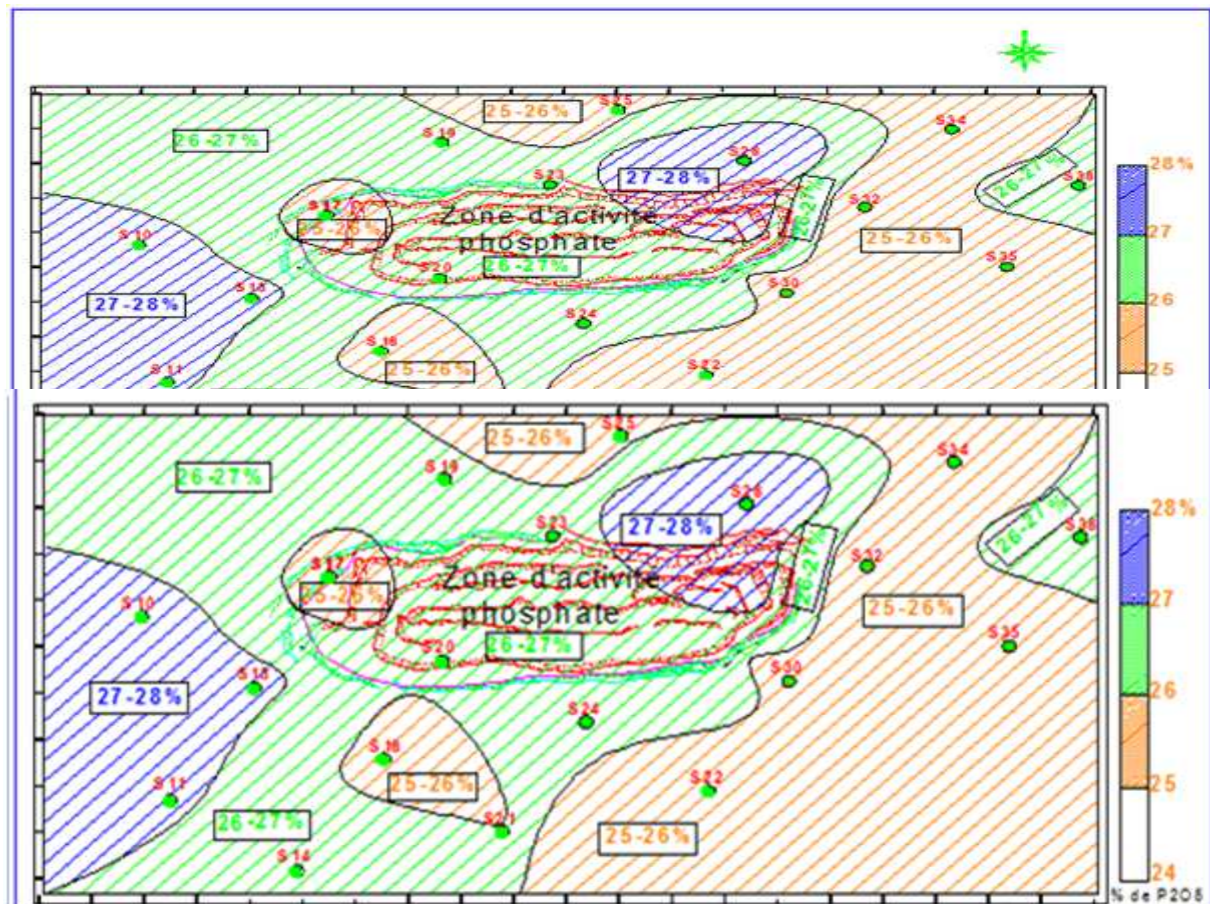
#### I.1.5.4.Composition chimique

En analysant les teneurs des minerais nous distinguons deux formations bien marquées : Au sommet et à la base de la formation phosphatée les teneurs en phosphate sont faibles. (<20%).La partie médiane de la formation qui représente près de 70% de la puissance utile offre un minerai du type 27 à 30 %.L'ensemble de la formation phosphatée riche présente des taux en  $\text{Fe}_2\text{O}_5$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$  équivalent à 1 et 1.5%, les matières siliceux sont généralement assez faible environ 2% et sont dues à la présence de quartz détritique et aux minéraux argileux, les teneurs en  $\text{CO}_2$  ne passe pas 10%, la teneur en CaO est environ 46,60%. [8]

LesMgO est toujours faible et présente des taux inférieure à 4%, le rapport  $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5 = 1.76$ .

### I.1.5.5. Les teneurs et les réserves géologiques

Les moyennes des teneurs en  $P_2O_5$  sont assez constantes sur toute l'étendue du gisement et oscillent entre 25.05 et 27.94 %. Les moyennes en MgO sont faibles et constantes pratiquement sur toute l'étendue du gisement, elles sont comprises entre 2 et 3% avec une moyenne générale 2.61%.



**Figure I.3 :** Les cartes des iso- teneurs en  $P_2O_5$  et MgO en % du gisement de K.E.S. [8]

Le gisement de Kef Es Sennoun est subdivisé en trois blocs de calcul de réserves qui sont de l'ordre de 317 Millions de Tonnes dont :

- 168 M T réserves prouvées, de minerais situés sous des ratios linéaires de 1,32 à 4,5.
- 50 M T réserves probables, situés sous de ratios linéaires plus élevés de 4,3 à 6,5.
- 99 M T réserves possibles, situés sous de ratios linéaires supérieurs à 5.

Le tableau (I.3) ci –dessous représente les ressources géologiques des différentes catégories (actualisées à partir de la mise à jour du mois de septembre 2013). [8]

**Tableau I.4** : Réserves géologiques du phosphate [8]

Gisement	Catégorie	Carrière	S/terrain	Total (T)	Hypothétique (T)	Total (T)
		TD < 4.5	TD > 4.5			
Kef-Essenoun	B	16340625.1	/	312406253,1	188 500 000	50090625.1
	C1	/	50 000 000			
	C2	14000 000	85 000 000			

### Conclusion

Les phosphates Algérien est une ressource minière la plus exploitée, elle est considéré comme une source importante de devise et comme un élément capital du secteur minier d'autre part.

Les gisements de Djebel Onk sont classés parmi les grands gisements dans le monde.

Notre payés est très riches en ressources naturelles. Le potentiel minier est considérable, des efforts gigantesques ont été fournit dans ce domaine par l'Algérie et en particulier dans la recherche et la prospection et dans l'exploitation des ressources naturelles. Le développement des industries lourdes et légères est étroitement lié à la production et à la qualité des produits fini.

## **Introduction**

Les gisements de Djebel Onk dispose des réserves importantes en phosphate, ils produisent presque 2,3 à 2,5 millions de tonnes de produit marchands avec une teneur qui varie entre 28 à 25 % en  $P_2O_5$ , les phosphates de Djebel Onk sont caractérisés par une teneur très important en carbonates, qui influe sur la qualité du produit marchand (acide phosphorique), ce qui demande un traitement pour éliminer les carbonates avec une méthode simple (calcination).

Le but de traitement des minerais phosphatés est de les enrichir en  $P_2O_5$  et d'éliminer la gangue et certains éléments nuisibles tel que : les métaux lourds et la matière organique. La technologie de base pour le traitement de ces minerais est constituée de deux étapes :Libération et la séparation.

La libération est habituellement effectuée par réduction de la taille de minerais par attrition pour obtenir des particules libres de l'exogangue. Afin de les séparer, l'une des méthodes suivantes est utilisée : calcination, flottation et lavage avec l'acide dilués. Le choix d'un schéma de traitement repose sur le type de minerai et le degré d'enrichissement projeté, ainsi que l'élimination de certains éléments nuisibles.

## **II.1. Méthodes et techniques d'enrichissements de minerai de phosphate**

### **II.1.1. Enrichissement par voie physique**

#### **II.1.1.1. Classement granulométrique**

Cette technique est basée sur la différence de la friabilité entre la matière phosphatée et la gangue à laquelle est associées (gangue carbonatée, gangue siliceuse). Dans la plus part des cas la matière phosphatée est friable alors que la gangue est dure. Par broyage et criblage, la fraction fine sera riche en matière phosphatée, cependant un Taux élevé riche en  $P_2O_5$  sera perdu dans la fraction grossière. Le dépoussiérage doit être appliqué pour éliminer la fraction fine riche en argile. [19]

#### **II.1.1.2. Séparation gravimétrique**

Cette technique est utilisée pour des minerais riches et faibles où le taux de l'exogangue sableux est généralement faible avec des grains grossiers. Une étape de lavage et de déschlammage doit être réalisée avant d'effectuer la séparation gravimétrique



cas général, cette méthode d'enrichissement est effectuée conjointement avec l'enrichissement par flottation. [18]

### **II.1.1.3. Séparation magnétique**

Cette technique exploite les propriétés magnétiques des minéraux tels que l'hématite, qui est éliminée à haute intensité et magnétite qui est éliminée à basse intensité. L'organe essentiel d'un appareil de séparation magnétique est la source de champ magnétique qui est à l'origine de la force utilisée pour la séparation. [9]

### **II.1.1.4. Flottation**

Plus de 60% des phosphates produits dans le monde sont traités par flottation qui peut être appliquée à des minerais siliceux ou à des minerais carbonatés. [7]

## **II.1.2. Enrichissement thermique**

Le procédé thermique (calcination) a des effets multiples sur le phosphate :

- Destruction des matières organiques;
- Décomposition des carbonates;
- Modification plus ou moins importante de l'état cristallin se traduisant par une diminution de la porosité et finalement de la réactivité à l'égard des acides ; [11]

De plus un traitement par calcination est parfois nécessaire pour éliminer certaines impuretés. Cependant la calcination est pratiquée afin de permettre l'élimination de la chaux et de l'oxyde de magnésium provenant de la décomposition thermique des carbonates, ces deux oxydes étant gênants dans la production des engrais. [6]

Le but du traitement est d'obtenir une réduction de la proportion de  $(CaO \text{ et } MgO)$  par rapport au  $P_2O_5$ . [6]

### **II.1.2.1. Le pré traitement**

Ce traitement a pour principal but l'élimination des minéraux siliceux car, durant la calcination, la chaux peut se combiner avec le silicium et produire des composés qu'il est très difficile d'éliminer au cours du post-traitement. Souvent aussi, le pré traitement permet en outre d'éliminer une partie des carbonates à un coût, moins élevé que par décomposition thermique lors de l'étape de calcination. [6]

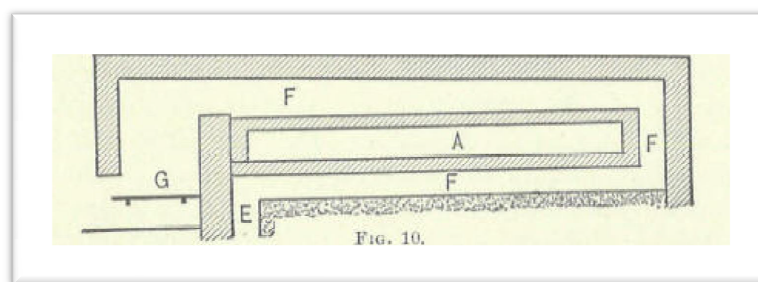
### II.1.2.2. Calcination

La Calcination est le processus de soumission d'une substance à l'action de la chaleur, Mais sans fusion, dans le but de provoquer un changement dans sa constitution physique ou chimique. Les objets de calcination sont généralement: (1) pour chasser l'eau présente, comme l'humidité absorbée, comme «l'eau de cristallisation," ou "l'eau de constitution"; (2) pour chasser le dioxyde de carbone, ou d'autres constituants volatils; (3) pour oxyder une partie ou la totalité de la substance. Il ya quelques autres fins pour lesquels la calcination est employé dans des cas particuliers.

Le processus est souvent appelé «rôtir», «feu» ou «brûler», par les ouvriers. Elle est réalisé dans des fours, cornues ; très souvent le matériel est prélevé au-dessus ou agité, au cours du processus, afin d'assurer l'uniformité du produit. Les fours utilisés pour la calcination de substances varient beaucoup dans leur construction. On site deux catégories de Four : Four à moufle et four réverbère. [12]

#### a) Les Fours à moufle

Sont construits de telle sorte que ni le fuel ni les gaz de combustion n'entrent en contact direct avec la matière à calciner. Un autoclave (A) de fer, la brique, ou de l'argile réfractaire, est placé sur la grille du foyer (G). Les Conduits de fumée (F F.) sont construits autour de la cornue, et ces gaz chauds de l'incendie vont passer sur leur cheminée. [12]



**Figure II.1** : four à moufle. [12]

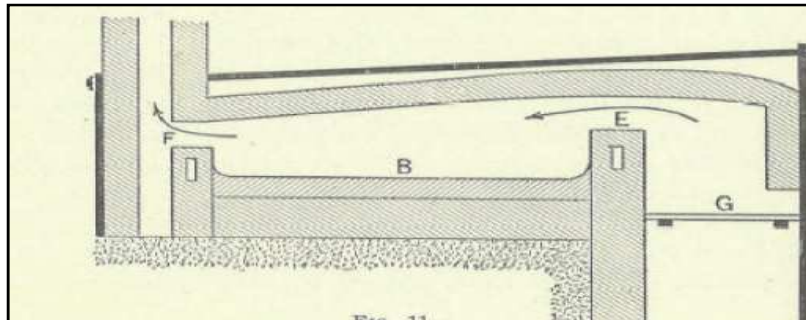
#### b) Les fours à réverbère

Sont construits dans de nombreuses formes, mais dans tous les cas les flammes et les gaz chauds de l'incendie sont en contact direct avec la matière à calciner, mais le combustible est séparé de lui. La forme la plus simple et la plus commune est représentée sur la figure

I.2. Le feu brûle sur la grille au (G), et les flammes, en passant sur le pont de (E), sont déviés vers le bas quartier par le toit en pente faible du four, et vont passer directement au-dessus de la surface de la charge dans le lit du four (B), enfin s'échapper par la gorge (F) dans la cheminée. La charge est étalée en une fine couche sur le lit (B), et peut être soit oxydée ou réduite selon la méthode de cuisson. Le four rotatif est une modification très importante du four à réverbère. [12]

Il s'agit d'un axe horizontal ou légèrement incliné sur un cylindre (B) des plaques de fer ou d'acier, bordé de briques réfractaires ou autre matériau approprié résistant au feu, et ouvert à chaque extrémité. Les flammes d'une grille (A) à une extrémité vont traverser sur le chemin de la cheminée (D). Le cylindre est tourné autour de son axe longitudinal au moyen d'un engrenage. Il est tourné jusqu'à ce que le trou d'homme sur le côté soit transporté directement dans un trou dans le plancher au-dessus ; le couvercle boulonné est enlevé et la charge des sous-évaluées dans la révolution du cylindre soulève la charge à fond. Voir

(Figure I.2)



**Figure II.2 :**Four réverbère.[12]

### II.1.2.3. Le poste traitement

Le Post traitement consiste, en théorie, à éliminer la chaux et la magnésie libérées par la décomposition des carbonates. C'est le dernier stade important de l'enrichissement par calcination. Pour cela, il faut encore recourir au lavage à l'eau, suivant un processus apparemment identique à celui du pré traitement, où l'emploi de l'eau de mer est vivement recommandé. [14]

## II.2. La chimie de phosphates durant la calcination

La connaissance des réactions chimiques se produisant lors de la calcination des phosphates naturels au contact de l'air à une grande importance pratique :

- connaissance plus complète des propriétés des minéraux ;
- meilleure compréhension des phénomènes et mécanismes mises en jeu pendant la calcination. Les aspects de ces réactions ont fait l'objet de nombreuses études aussi bien théoriquement qu'expérimentalement.[7]

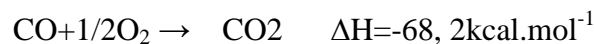
### II.2.1. Réactions chimiques associées à la calcination

Due à la complexité des phosphates, la calcination fait intervenir plusieurs réactions chimiques dont la cinétique dépend des paramètres de marche. On distingue :

- a) **Réactions exothermiques** : Elles apportent, par la combustion de la matière organique, le complément de chaleur nécessaire pour la calcination du phosphate.
- **Combustion du carbone organique** : Elle concerne la plus grande quantité du carbone organique et se fait à la température de calcination. Le carbone organique résulte probablement du monoxyde de carbone (CO). suivant réaction :



Il s'oxyde au cours du refroidissement des gaz conformément à la réaction



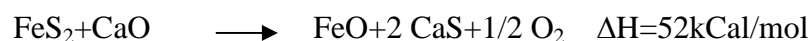
La somme de ces deux réactions caractérise la conversion du carbone en  $CO_2$ .

- **Chaleur de combustion des sulfures minéraux** : Si l'on considère que les pyrites sont des sulfures minéraux à une température inférieure à  $800^\circ\text{C}$ , deux réactions sont possibles :

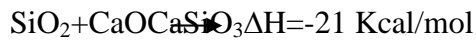
Réaction de combustion :



Réaction de formation de CaS



- **Chaleur de formation des silicates de calcium** : Les principales réactions concernent essentiellement la formation de la wollastonite ( $CaSiO_3$ ) et de l'aranite  $Ca_2SiO_4$  à partir du quartz ( $SiO_2$ ) et de la chaux ( $CaO$ ).



**b) Réaction endothermiques :** Il s'agit des réactions chimiques qui nécessitent un apport calorifique.

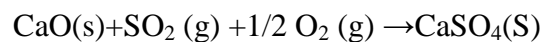
- **Décomposition des carbonates :** Seules les réactions de la décomposition de la dolomite et de la calcite sont habituelles lors de la calcination. De formule  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ , la dolomite est un minéral commun qu'on peut trouver dans des couches peu épaisses le plus souvent, sous forme de couches alternées de magnésium et de calcium. Elle ressemble beaucoup à la calcite (Composée uniquement du calcium) excepté le fait qu'elle ne réagit que très peu avec l'acide à chaux et lorsqu'elle est sous forme de la poudre.



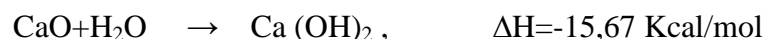
La décarbonation de la calcite intervient entre 600 et 800 °C et se fait suivant la réaction :



Par la présence, dans le phosphate brut, du dioxyde de soufre ou des sulfures minéraux, la chaux ainsi produite peut subir une sulfatation exothermique avec excès de l'air selon la réaction suivante :



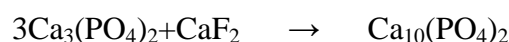
L'hydroxyde (chaux éteinte) est obtenu par addition d'eau à la chaux vive



On assiste ensuite à une réaction partielle de la chaux ainsi formée avec le di-phosphate de calcium.



Le phosphate tricalcique réagit immédiatement avec le fluorure de calcium pour former une fluorapatite phosphocalcique selon la réaction suivante :



Cette réaction s'effectue à 900°C pendant plusieurs heures.

- **la déshydratation :** La calcination provoque, sous l'effet de température, la déshydratation et l'élimination de l'eau de constitution sous forme de vapeur d'eau.[7]

### II.2.2. Comportement des polluants durant la calcination

Les contaminants les plus fréquemment cités sont les métaux lourds (cadmium, plomb, arsenic, cuivre, zinc), les carbonates et la matière organique. Le problème de la contamination des matériaux extraits a conduit, très tôt, les pays industrialisés à mettre au point des procédures et développer des méthodes d'évaluation pour, la prise des décisions de gestion.

- A. répartition des métaux lourds :** En général, la répartition des métaux lourds dans le phosphate calciné et dans les gaz volatils dépend de leurs tentions de vapeur, Toutefois, pendant la calcination, la majorité des métaux se concentrent beaucoup plus dans le solide que dans les gaz. La vaporisation reste très faible en dessous de 700°C et même au- delà, qu'elle soit significative, due à leur très faible concentration dans les gaz.
- B. Emission des polluants :** La calcination des phosphates entraîne, en général, l'émission des polluants organiques. La concentration et l'ampleur de celle-ci dépendent de la quantité initiale, du comportement et de l'origine de ces polluants dans le milieu. Les composés les plus fréquents rencontrés sont le protoxyde d'azote  $N_2O$ , le CO, le  $CO_2$ , et le fluor. [7]

Contrairement à la matière organique, les métaux lourds des phosphates ne sont détruits que partiellement lors de la calcination. La plus grande partie reste dans le résidu solide et les plus volatils, en très faible quantité s'évaporent en fonction de leurs propriétés et de leurs spéciations. On signale que, les mécanismes de dégradation thermique influenceront sensiblement les propriétés physico-chimiques du produit fini. Ainsi, ils favorisent la récupération des métaux lourds dans les procédés de purification de l'acide phosphorique.

### II.3. Enrichissement du minerai de phosphate de Djebel Onk

Le cycle de production de la mine de Djebel Onk possède dans son ensemble de très grandes réserves de minerai dont le titre en  $P_2O_5$  varie entre 25 et 28%. Les réserves sont de l'ordre de 02 milliards de tonnes, les capacités installées permettent une production annuelle de 02 millions de tonnes/an avec des perspectives de développement pour doubler cette

production dans les années à venir. La majorité de la production actuelle est destinée à l'exportation, le reste est absorbé par le marché local.

Le tout venant contient des matières indésirable (argiles, silices...) qu'il faut séparer de minerai utile afin d'obtenir un produit marchand à plus de 70 % TPL.[13]

### **II.3.1. Préparation mécanique du minerai**

Le minerai tout-venant, provient de la carrière avec une dimension allant de 0 à 1000 mm et une teneur allant de 54 à 58 % en TPL (56% en moyenne), subit un traitement mécanique (Concassage, broyage, criblage) pour réduire les dimensions à 15 mm et un traitement physico-chimique pour aboutir à un produit marchand de 63, à 65 % en TPL.[11]

#### **a) Concassage**

Cette opération a pour but la réduction des blocs du tout-venant alimentant l'usine de traitement, d'une dimension d'un mètre jusqu'à une grosseur inférieure à 200 mm.

Elle se fait au moyen de deux concasseurs :

- Concasseur à cône giratoire « BABITLESS » d'une capacité de 1000 T/h ;
- Concasseur à percussion « HAZEMAG » muni d'un système de scalpage d'une capacité de 1200 T/h.

#### **b) Broyage**

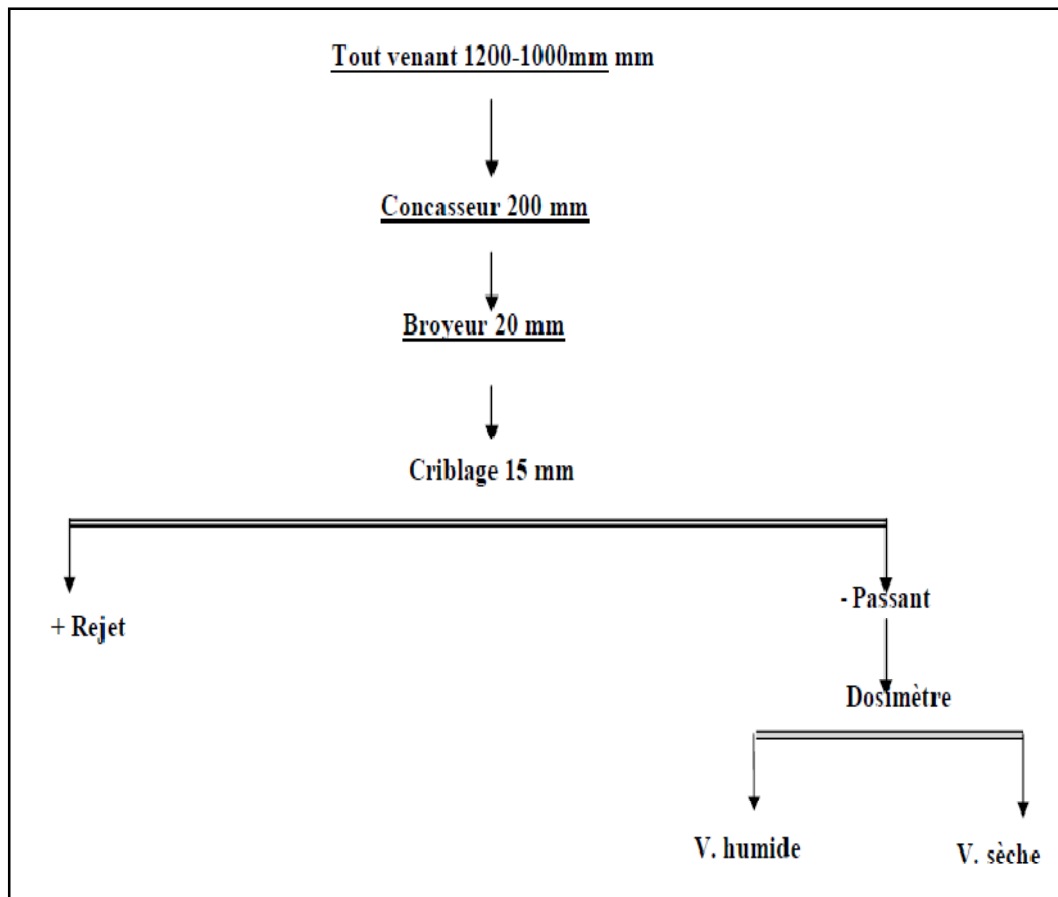
Le broyage est une opération de réduction des morceaux concassés à une dimension plus fine afin de passer aux opérations d'enrichissement. A Bir El Ater, on utilise un broyeur à marteaux qui opère par percussion dont les organes de percussion sont des marteaux articulés autour d'un rotor. Le degré de broyage peut aller jusqu'à 10. [11]

#### **c) criblage**

Cette dernière opération de la préparation mécanique consiste à éliminer le produit dont la dimension est supérieure à 15 mm au moyen de trois cribles vibrants à résonance pour l'obtention du produit marchand.

- WEDAG : d'une capacité de 300 T/h/crible et deux cribles vibrants inclinés.
- HAZEMAG : d'une capacité de 600 T/h /crible et une ouverture de 10 mm. Le passant du crible ayant une granulométrie inférieure à 15 mm, alimente les deux voies pour l'obtention du produit marchand. [12](Voir figure II.3)

-



**Figure II.3 :** Schéma Technologique de la préparation mécanique utilisé dans le complexe Djebel Onk. [13]

### II.3.2. Enrichissement par voie humide

Ce type de traitement est très utilisé pour les minerais phosphatés sédimentaires, argileux Peu carbonatés, et contenant peu de quartz dans l'intervalle de concentration des éléments phosphatés (0.5 à 1mm). Le but du traitement par voie humide est partant d'un minerai délivré par une trémie à la maille de 15mm maximum après broyage et criblage et d'une humidité comprise entre 3 % et 7% avec un TPL de 54%, On obtient un produit sec a moins de 1% d'humidité ayant une teneur TPL en 65%. La chaîne de traitement par voie humide se compose de 04 ateliers : Débourbage (laverie), calcination, lavage, séchage. [12]

#### II.3.2.1 Débourbage

C'est une opération de classification qui consiste essentiellement à éliminer la silice externe de l'exogangue du minerai ainsi que les argiles. [12]

Cette opération est constituée des hydrocyclones, desessoreuses et des épaisseurs.



### II.3.2.2. Calcination (Procédé arrêté actuellement)

Le but de ce procédé est la décomposition des carbonates de calcium et de magnésium en oxydes CaO et MgO avec un dégagement de gaz carbonique.[12]

### II.3.2.3. Lavage post calcination

Le rôle de cet atelier est l'élimination des oxydes issus de l'atelier de calcination.

Cette opération s'opère dans des bacs pulsés et des coupures basses par des hydrocyclones.

### II.3.2.4. Séchage

L'opération de séchage a pour but d'éliminer l'humidité. Le minerai calciné et lavé sortant des essoreuses avec un taux d'humidité <1.6% et une température de 20 à 25°C.[12]

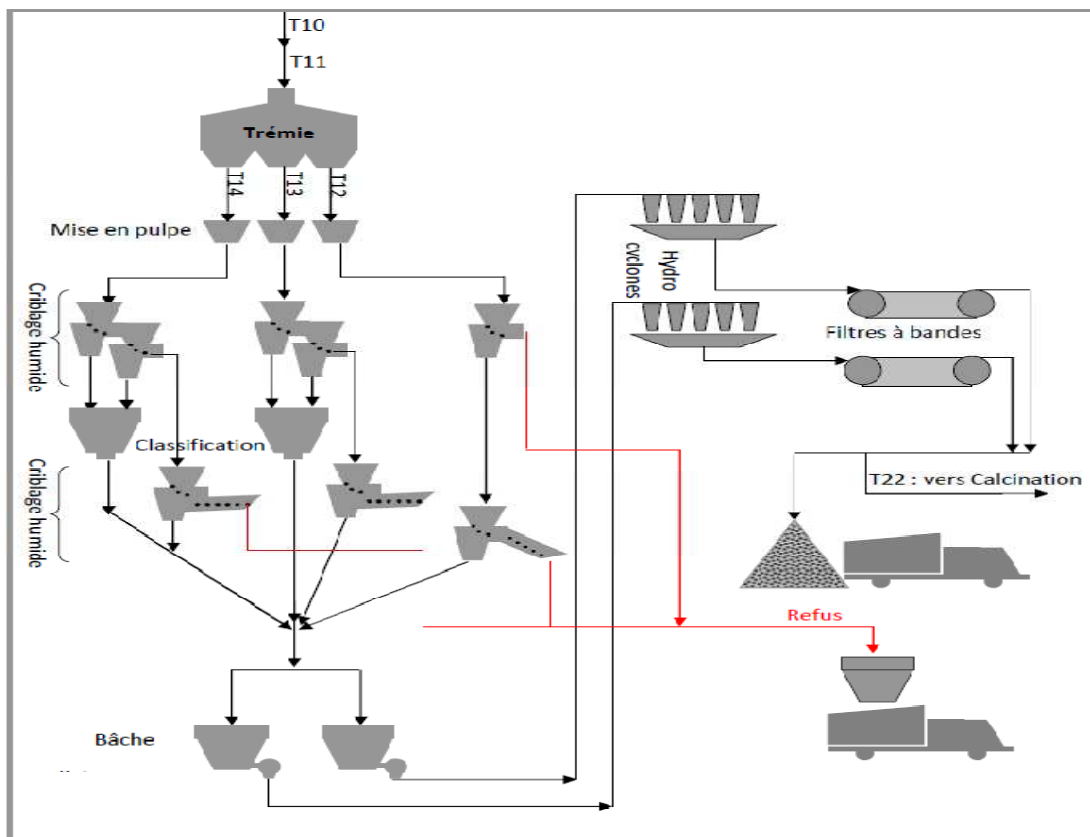


Figure II.4 : schéma technologique du débouillage [13]

### II.3.3. Enrichissement par voie sèche

Le but de l'installation de dépoussiérage (voie sèche) est partant d'un minerai criblé à 15 mm d'une humidité de 3 % à 7 %, est un T.P.L sur sec de 54 % minimum, on obtient un produit à moins de 1% d'humidité ayant une teneur de 63 et 65% en TPL. L'unité comprend cinq (05) opérations d'enrichissement du produit sortant de la carrière pour l'emmener à sa

qualité commerciale, ces opérations sont : Séchage au four fluidisé (300-1000 °C), criblage 2 mm, broyage 1 mm, sélection pneumatique, criblage sur maille 1 à 0,8 mm.[11]

#### **II.3.3.1. Séchage**

Après le criblage, le minerai humide est introduit dans un compartiment de séchage où il est fluidisé et séché par des gaz chauds obtenus en brûlant du pétrole dans une chambre de combustion.[11]

#### **II.3.3.2. Criblage (2mm)**

Le produit séché est conduit par un convoyeur à bande vers l'atelier de criblage, qui contient quatre cribles vibrantes de marque RHEWUM à résonances d'un débit de 120t/h/crible et d'une maille carrée de 2mm. Les passants de ces cribles seront acheminés vers l'atelier de broyage, et les refus vers la trémie de décharge.[20]

#### **II.3.3.3. Sélection**

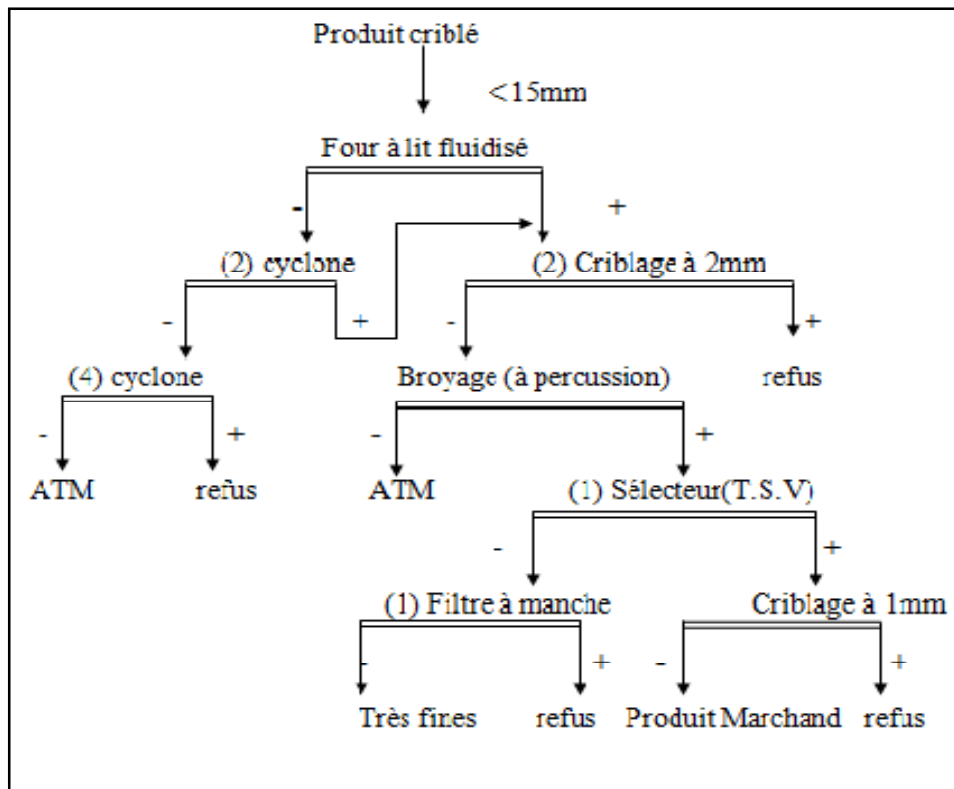
Elle a pour but d'éliminer des fines de bas titre en T.P.L pour une séparation granulométrique à 80µm. Les particules fines sont entraînées par un courant d'air ascendant, tandis que les grosses particules tombent sous l'effet de leur poids.[11]

#### **II.3.3.4. Broyage**

Après le criblage de 2 mm le produit passant est acheminé à l'aide d'un convoyeur à marteaux.[11]

#### **II.3.3.5. Criblage (0,8 mm)**

Après sélection, l'opération finale est de tamisage à 0,8mm pour éliminer les stériles (tranche > 0,8 mm ayant un bas titre en T.P.L) dans le minerai de phosphate.[11]



**Figure II.5 :** Schéma technologique de l'atelier de Dépoussiérage (Voie Sèche).[14]

## Conclusion

L'installation industrielle de valorisation de phosphate de la mine de Djebel Onk (Algérie), traite environ 10000t/j de minerai brut venu de la carrière Kef Es-sennoun avec une teneur moyenne de 28,23 %  $P_2O_5$ , c'est-à-dire l'équivalent de 61,68 % en TPL. Le traitement dans cette usine se fait soit par voie humide soit par voie sèche, ce qui permet d'avoir deux variétés de produits des teneurs respectivement de 63% à 65% TPL et de 66% à 68% TPL. Avec ces réserves énormes de phosphate estimées de 2,2 milliards de tonnes l'Algérie occupe la quinzième place dans le classement mondiale, avec une capacité annuelle de production de 1,6 millions de tonnes.

## Chapitre III

### Caractérisation dimensionnelle des matériels

#### Introduction

L'étude des propriétés physico chimique d'un échantillon fait appel à des méthodes appropriées pour faire face.

Le classement dimensionnel sert à déterminer la distribution pondérale des particules d'un matériau suivant leurs dimensions, il permet également d'étudier la répartition des différents grains d'un échantillon, en fonction de leurs caractéristiques.

#### III.1. Population de grains

Une poudre (ou milieu granulaire, milieu divisé) contient un très grand nombre d'entités, des particules qui ont rarement toutes la même taille, ce qui complique considérablement leur caractérisation granulométrique et amène à définir des valeurs numériques représentatives.[27]

##### III.1.1. Division en classes des tailles

La caractérisation d'une poudre commence nécessairement par un échantillonnage où l'on prélève quelques dizaines de grammes pour effectuer les analyses mais dans les quels subsistent encore de nombreuses particules. Même s'il était possible de mesurer une à une toutes les particules qui constituent l'échantillon, il est difficilement imaginable de présenter les résultats de l'analyse en donnant les tailles de chaque entité mesurée. Une analyse granulométrique suppose donc un « tri » préalable, appelé division en classes de tailles.

Une fois le tri effectué et les classes déterminées, on peut soit dénombrer les particules soit les mesurer (peser dans le cas du tamisage ou de la sédimentation, mesurer une intensité lumineuse dans le cas des méthodes optiques ...). La granulométrie d'une poudre peut donc être représentée par :

- une distribution des tailles en nombre des particules
- une distribution en mesure (masse, surface ...). [27]

Lorsqu'on doit représenter une population de différents grains, on se trouve en présence d'une distribution de taille, on est alors amené à utiliser des caractéristiques moyennes. Il reste évidemment à choisir la représentation adaptée à chaque situation.

Chaque méthode de mesure en donne une définition différente. En effet, il existe deux analyses granulométriques qui n'ont pas la même signification :

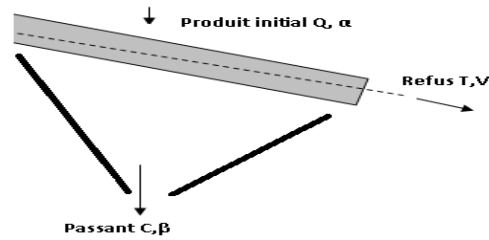
- **L'analyse en masse** (ou en volume, ou en surface) : prend en compte l'importance de masse (ou volume, ou surface) de chaque particule. Chaque particule a une influence sur la moyenne qui est proportionnelle à son poids (ou volume, ou surface).
- **L'analyse en nombre**, toutes les particules sont prises en compte avec la même importance. Les distributions en nombre sont déterminées par des examens microscopiques, méthodes électriques et photométrie ; La distribution de la population est généralement donnée en masse. Elle est obtenue par tamisage.[27]

### III.1.1.2. Analyse granulométrique par tamisage

L'opération consiste à placer un échantillon de poudre sur un tamis comportant des ouvertures de taille déterminée. Les particules dont deux dimensions sont inférieures aux dimensions des ouvertures traversent le tamis lorsqu'il est mis en vibration, alors que les particules plus grosses sont retenues. [27]

- **Tamis et tamis normalisés** : Les toiles de tamis sont tissées à partir de fil métallique. Bien que les ouvertures soient décrites comme carrées, elles ont une forme légèrement différente en raison de la nature tridimensionnelle de la toile tissée. Les tamis industriels sont fréquemment constitués de tôles perforées à trous ronds mais il existe aussi d'autres formes. Les séries de tamis normalisés ont été proposées pour la première fois en 1867. On trouvera: AFNOR NF X 11-508 (Septembre 1983) ; ISO 565 (1983) ; ASTM E 11 (1981) ; DIN 4188 (1977) ; et la norme britannique BS 410 (1986).
- **Méthodes de tamisage** : Le tamisage peut être effectué par voie sèche ou humide, à la main ou à la machine. Certaines machines font appel à un mécanisme qui combine la rotation et les chocs, d'autres à un dispositif vibrant. Il existe aussi des machines qui utilisent un jet d'air pour décolmater les tamis. Toute opération de tamisage est influencée par les facteurs suivants : Forme des ouvertures, chargement de tamis ; Présence de particules fines, méthodes d'agitation, durée de tamisage Forme de particules, et la cohésion de la poudre.

La figure III.1 illustre le principe du tamisage (criblage). La surface tamisant peut être une série de barreaux (pour le tri des grosses particules), une "passoire" (surface perforée) ou un tamis (grille ou toile). [27]



**Figure III.1** : Principe du tamisage[27]

L'opération de tamisage peut être effectuée pour différents buts :

- séparer les plus gros fragments (refus) contenus dans un mélange, soit en vue de les éliminer, soit en vue de leur faire subir une réduction de taille ;
- séparer les plus petits fragments, soit pour les agglomérer, soit pour les éliminer comme déchets ;
- classer les produits fragmentés en dimensions commerciales (matériaux de voirie, abrasifs, ...)
- classer les produits en vue d'opérations de traitement mécanique ou physico-chimique devant porter sur des dimensions homogènes (concentrations de minerais, lavage des charbons, ...). [27]

### III.1.1.3 Distributions granulométriques

La distribution en taille ou répartition granulométriques d'une population de particules de nature, de taille et de forme variées ne peut être décrite qu'avec approximation qui assimile la population à un mélange de particule sphériques de densités de grains uniforme et que l'on caractérise par le diamètre ( $x$ ).

La représentation des distributions granulométriques se fait sous forme d'histogramme exprimé en fréquence relative ou en fréquence cumulée (voir exemple ci-dessous). Les pourcentages des refus cumulés, ou ceux des tamisât cumulés, sont représentés sous la forme d'une courbe granulométrie en portant les ouvertures des tamis en abscisse, sur une échelle logarithmique, et les pourcentages en ordonnée, sur une échelle arithmétique. La courbe est tracée de manière continue et ne peut pas passer rigoureusement par tous les points.[27]

Le refus du tamis immédiatement inférieur est pesé avec le refus précédent. Soit  $R_2$  la masse du deuxième refus. Cette opération est poursuivie pour tous les tamis pris dans l'ordre des ouvertures décroissantes. Ceci permet de connaître la masse des refus cumulés

Rn aux différents niveaux de la colonne de tamis. Le tamisât présent sur le fond de la colonne du tamis est également pesé.

La somme des refus cumulés mesurés sur les différents tamis et du tamisât sur le fond (fillers) doit coïncider avec le poids de l'échantillon introduit en tête de colonne. La perte éventuelle de matériaux pendant l'opération de tamisage ne doit pas excéder plus de 2% du poids total de l'échantillon de départ.

Il s'agit de représenter les résultats des mesures. [27]

#### III.1.1.4. Représentation graphique

On peut représenter les fractions  $f$  (relatives) en nombre ou en masse de particules ayant une taille donnée. La somme des fractions de toutes les tailles possibles est alors égale à UN. On peut aussi représenter la distribution granulométrique en fraction cumulée  $F$ . La fraction cumulée de particules de plus grande taille vaut donc UN.

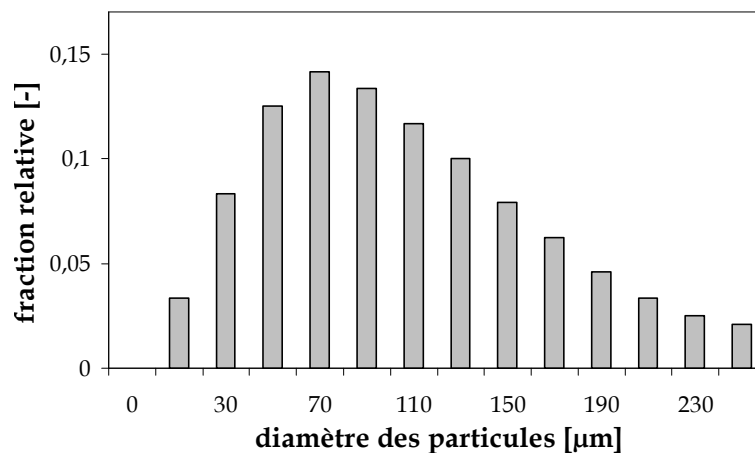


Figure III.2 : Distribution granulométrique sous forme d'histogramme. [27]

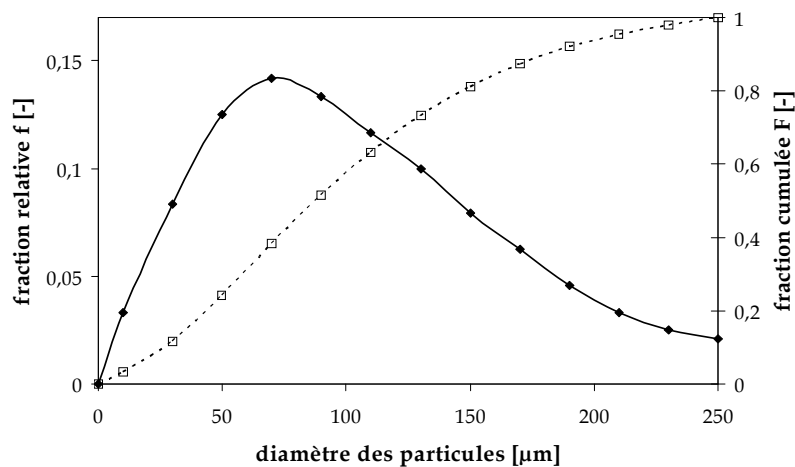
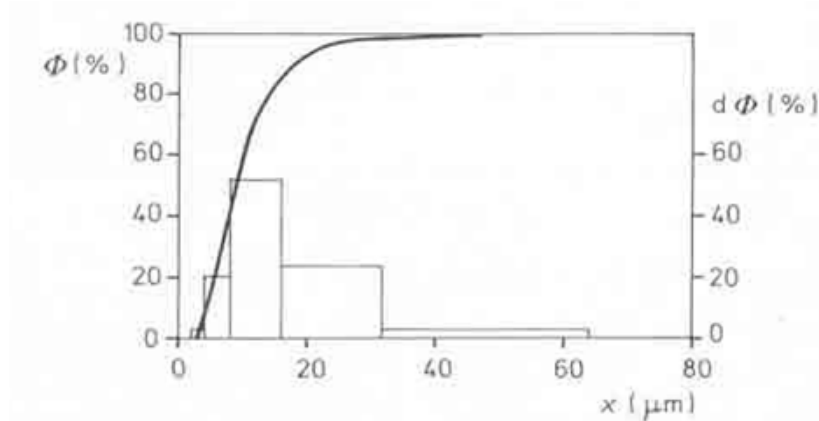
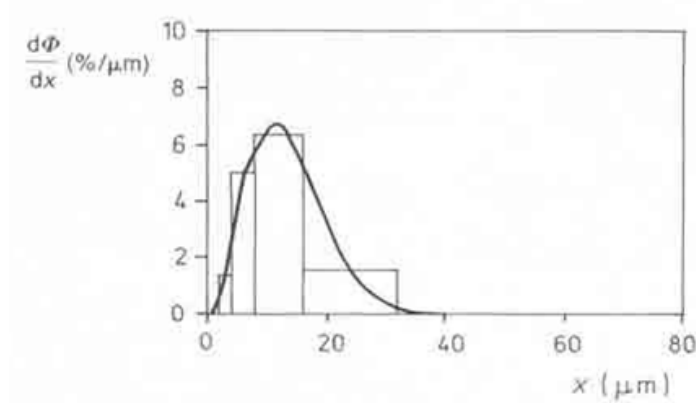


Figure III.3 : Fractions relative et cumulée d'une distribution granulométrique. [27]



**Figure III.4** : Histogramme fréquence en nombre ( $d\phi$  en fonction de  $x$ ) [27]



**Figure III.5** : Histogramme fréquence relative en nombre ( $d\phi/dx$  en fonction de  $x$ ) [27]

### III.1.2. Caractéristiques granulométrique

La représentation graphique d'une distribution n'est pas très maniable, il est souvent utile de déterminer un ou plusieurs paramètres caractéristiques de la distribution, que l'on nomme de façon générique, valeurs numériques représentatives. Le résultat est souvent exprimé par une courbe de répartition cumulée en fonction du diamètre. De cette courbe on retient les caractéristiques suivantes :

#### III.1.2.1. Paramètres granulométriques

- **Le diamètre moyen en volume ( $\overline{d_v}$ )** :  $\overline{d_v} = \frac{\sum_{i=1}^n n_i \overline{d_i^4}}{\sum_{i=1}^n n_i \overline{d_i^3}} = \frac{\sum_{i=1}^n m_i \overline{d_i}}{\sum_{i=1}^n m_i}$

Avec :  $n_i = \frac{m_i}{\frac{\pi}{6} \overline{d_i^3}}$  : nombre de particule dans la classe de taille ( $d_i$ ) ( $d_i = \frac{d_{min} + d_{max}}{2}$ )

$m_i$  : masse des particules dans la classe de taille ( $d_i$ )

- **diamètre moyen en surface/ volume ( $\overline{d_{sv}}$ )** :  $\overline{d_{sv}} = \frac{\sum_{i=1}^n n_i \overline{d_i^3}}{\sum_{i=1}^n n_i \overline{d_i^2}} = \frac{\sum_{i=1}^n m_i}{\sum_{i=1}^n \frac{m_i}{\overline{d_i}}}$



- **La surface spécifique** :  $S_0 = \frac{\text{surface des particules}}{\text{Volume des particules}} = \frac{\sum_{i=1}^n n_i \pi \overline{d_i^2}}{\sum_{i=1}^n n_i \frac{\pi}{6} \overline{d_i^3}} = 6 \cdot \frac{\sum_{i=1}^n n_i \overline{d_i^2}}{\sum_{i=1}^n n_i \overline{d_i^3}} = \frac{6}{d_{sv}}$
- **Le module de finesse  $M_f$**  :  $M_f = (1/100) \sum \% R_{\text{cumulés}}$

Qui est la somme des refus cumulés (ramenés à l'unité) des tamis suivants :  
0,16mm ; 0,315mm ; 0,63mm ; 1,25mm ; 2,5mm ; 5mm (Norme Française [NFP 18-540])

### III.1.2.2. Les coefficients granulométriques

**a- Le coefficient d'uniformité** : Défini comme la valeur numérique moyenne de la pente de la courbe qui donne une information sur l'homogénéité du milieu. Le coefficient  $C_U$  représente l'étalement de la courbe granulométrique, il est exprimé par l'équation:

$$C_U = \frac{D_{60}}{D_{10}}$$

- Uniforme au sens granulométrique pour des valeurs de  $C_U$  inférieures à 2.5.
- Dispersé ou étendu pour des valeurs de  $C_U$  supérieures à 2.5 [27]

**Tableau III.1:** Classement de la granulométrie selon les valeurs de  $C_u$  [27]

$C_u$	Granulométrie
1	A une seul grosseur
1-2	Très uniforme
2-5	Uniforme
5-20	Peu uniforme
>20	Très étalée

**b- Le coefficient de courbure** : Représente la forme de la courbe granulométrique. Il est exprimé par l'équation:

$$C_c = \frac{D_{30}^2}{D_{10} D_{60}}$$

- Un  $C_c$  élevé (>3) correspond à une courbe granulométrique cumulée concave vers le haut, donc comportant une pente importante dans le domaine des particules de gros diamètre.

- une faible valeur de  $C_C$  ( $<1$ ) témoigne d'une courbe granulométrique cumulée convexe vers le haut, donc présentant un accroissement important de la masse dans le domaine des fines.

**Note:**  $d_{10}$ ,  $d_{30}$  et  $d_{60}$  dimension pour laquelle 10%, 30% et 60% des éléments du milieu sont plus petit que de  $d_{10}$ ,  $d_{30}$  et  $d_{60}$ . [27]

### III.1.2.3. Les indices granulométriques

Le traitement graphique ou numérique des résultats bruts fournis par le tamisage a pour but de définir, par l'emploi de paramètres spécifiques (position, dispersion, asymétrie et acuité), l'échantillon étudié.

#### A. Méthode des percentiles

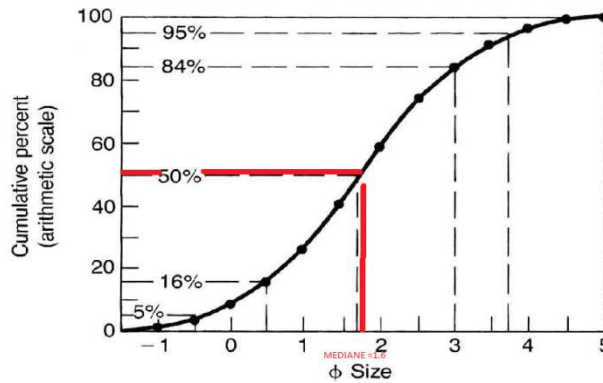
La courbe cumulative permet de mettre en évidence une première série de paramètres, de laquelle tous les autres découlent. Ce sont les percentiles  $Q_x$ , points correspondants à des mailles de tamis hypothétiques sur lesquelles  $x\%$  en poids du sédiment est de dimension plus grande (ou plus petite). Les valeurs d'abscisse les plus fréquemment utilisées sont 1, 5, 16, 25, 50, 75, 84, 95, 99. [27]

#### B. Les paramètres de position

Il est commode d'utiliser un paramètre central de la distribution pour chiffrer le domaine dimensionnel auquel elle appartient. On utilise couramment 3 indices de position exprimé en mm ou en unité  $\phi$  (Phi) avec:  $d=2^{-\phi}$  ( $d$ = taille du grain en mm) ou bien:  $\phi=-\ln(d)/\ln 2$ .

- **la médiane ou Q50** : Est l'indice de position le plus fréquemment employé car il donne en intégrant toutes les classes granulométriques une estimation de la grossièreté moyenne du sédiment ; [27]
- **Le mode ou classe modale**: C'est l'abscisse du sommet de la courbe de fréquence dans une distribution gaussienne. La classe modale est tirée de l'histogramme de fréquence; elle correspond à la classe la plus représentée. Une répartition naturelle peut admettre une ou plusieurs classes modales plus ou moins bien marquées. On parle de distribution bimodale (2 modes) ou plurimodale (3 modes et plus).
- **La médiane (Me-median)** : Taille correspondant à 50% des grains sur la courbe cumulative exprimé en unité  $\phi$  (Phi) [27]

Les quartiles Q25 et Q75 et percentiles Q1, Q16, Q84, Q95, Q99, sont rarement utilisés seuls mais associés, ils définissent des indices plus complexes. [27]

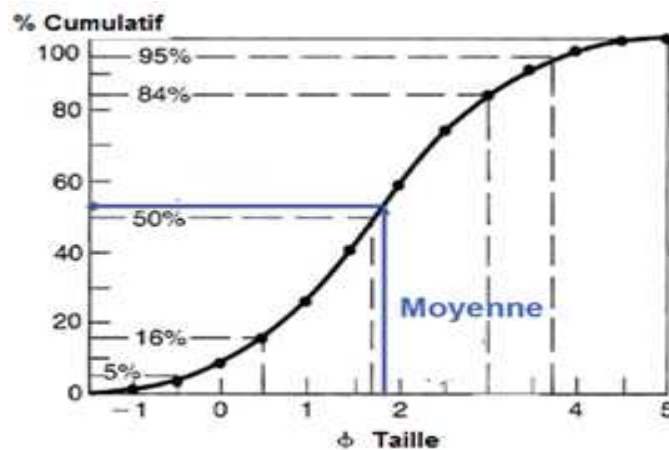


**Figure III.6:**Détermination de paramètre de la médiane sur la courbe cumulative.

- **La moyenne (M - mean):** Peut être calculée de différentes manières, la formule la plus utilisée est:

$$M = \frac{\varphi_{16} + \varphi_{50} + \varphi_{84}}{3}$$

$\varphi_{16}$ ,  $\varphi_{50}$ ,  $\varphi_{84}$ : dimension des particules correspondant à un pourcentage en poids de 16%, 50% et 84% respectivement exprimée en unité phi.



**Figure III.7 :** Détermination de paramètre de la moyenne sur la courbe de fréquence cumulative. [27]

Moyenne et médiane reflètent la distribution granulométrique de sédiment et l'énergie cinétique lors du dépôt du sédiment.

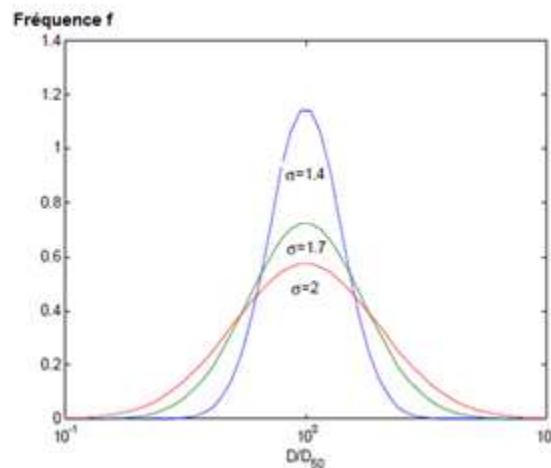
- **Le coefficient de dissymétrie (Sk –skewness).**

$$Sk = \frac{\varphi_{84} + \varphi_{16} - 2\varphi_{50}}{2(\varphi_{84} - \varphi_{16})} + \frac{\varphi_{95} + \varphi_5 - 2\varphi_{50}}{2(\varphi_{95} - \varphi_5)}$$

- **L'écart type:** L'écart-type  $\sigma_g$  est un paramètre important qui mesure l'étendue de la courbe granulométrique. Il peut être calculé en fonction des diamètres caractéristiques  $D_{84}$  et  $D_{16}$ , pour lesquels respectivement 84% et 16% des matériaux sont plus fins, en utilisant la relation :

$$\sigma_g = \sqrt{\frac{D_{84}}{D_{16}}}$$

Les sédiments bien triés correspondent à des valeurs  $\sigma_g < [1,5-2]$



**Figure III.8:** Courbe de répartition granulométrique pour différentes valeurs de l'écart type.

### C. Les paramètres de dispersion

Le plus ou moins bon classement d'un échantillon peut être connu en observant la pente de la courbe cumulative ou l'étalement de la courbe de fréquence. Des indices permettent de mesurer ce classement:

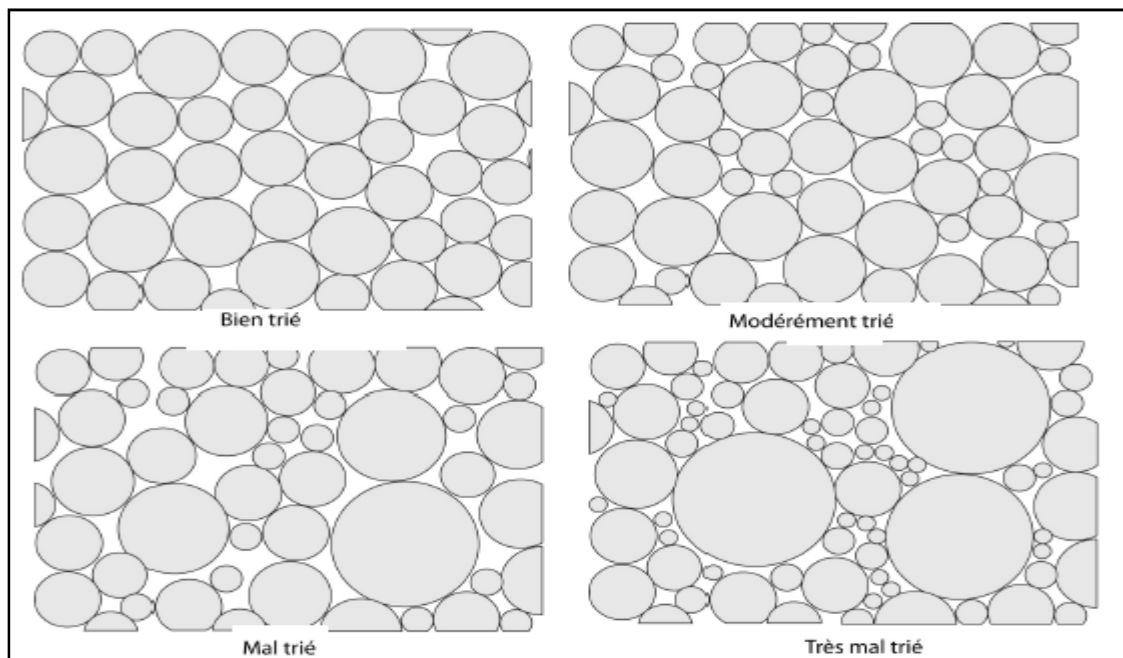
- **l'indice de Trask ou Sorting-Index  $S_o$ :** De loin le plus employé, il correspond par définition à :

$$S_o(mm) = \sqrt{\frac{Q_{25}(mm)}{Q_{75}(mm)}}$$

Le classement est d'autant plus mauvais que les valeurs du  $S_o$  sont élevées et parfait pour la valeur 1.[27]

**Tableau III.2** : Type de classement [27]

So	Classement
1 à 1,17	Très bien classé
1,17 à 1,20	Bien classé
1,20 à 1,35	Assi bien classé
1,35 à 1,87	moyennement classé
1,87 à 2,75	Mal classé
>2,75	Très bien classé

**Figure III.9** : Classement des particules [27]

- **L'indice Qd de Krumbein:** Les quartiles sont alors exprimés en unités Q

$$Qd\phi = \frac{Q_{25}\phi - Q_{75}\phi}{2}$$

Avec: **(a)** premier quartile Q1 : diamètre correspondant à l'ordonnée 25 %,

**(b)** troisième quartile Q3 : diamètre correspondant à l'ordonnée 75 %,

(c) cinquième centile : diamètre correspondant à l'ordonnée 5 %,

On a un classement parfait pour une valeur nulle de  $Q_d$  et une hétéromère croissante avec les valeurs croissantes de  $Q_d$ . La relation mathématique qui relie les deux paramètres précédents est :

$$Qd\phi = \log_{10} S_o$$

#### D. Les paramètres d'asymétrie

Outre les paramètres de position et de dispersion, les paramètres d'asymétrie, mesurant l'allure de la distribution de part et d'autre de la médiane, sont nécessaires à la bonne définition d'une courbe granulométrique. Là encore, plusieurs indices ont été proposés: [27]

- **L'indice d'asymétrie de Trask** ( $ast$  ou  $Sk$ ) décrit de manière objective l'aspect des représentations graphiques, il est exprimé par :

$$ast = \frac{Q_{25(mm)} \times Q_{75(mm)}}{Q_{50(mm)}^2}$$

Ce paramètre est souvent présenté comme indicateur de l'environnement du dépôt sédimentaire.[27]

**Tableau III.4 : Type d'asymétrie. [27]**

valeur	Asymétrie	Interprétation
$ast < 1$	Négative	Classement meilleur de côtés de particules grossières
$ast = 1$	Symétrie	Autant de particules grossières que fines
$ast > 1$	Positive	Classement meilleur de côtés de particules fines

- **L'indice d'asymétrie de Inman** (partie centrale).
- $a\phi = \frac{(\phi_{16} + \phi_{84} - 2\phi_{50})}{(\phi_{84} - \phi_{16})}$

$$a\phi = \frac{(\phi_{16} + \phi_{84} - 2\phi_{50})}{(\phi_{84} - \phi_{16})}$$

- **L'indice d'asymétrie de Inman** (extrémités).

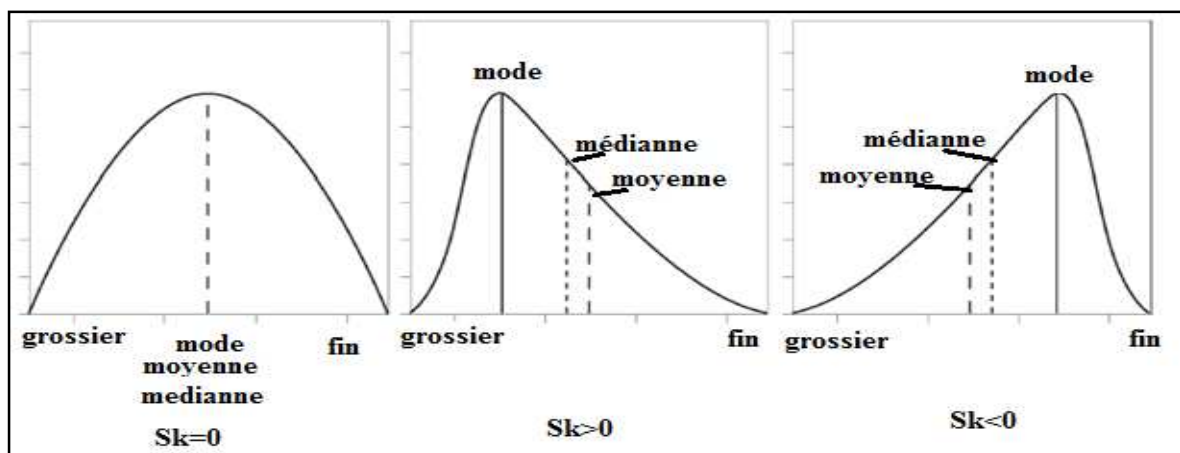
$$a(2\phi) = \frac{(\phi_5 + \phi_{95} - 2\phi_{50})}{(\phi_{84} - \phi_{16})}$$

Les valeurs négatives correspondent à une dominance des sédiments fins, les valeurs positives à une dominance des sédiments grossiers.[27]

- **L'indice d'asymétrie de Krumbein**. Il est exprimé en  $\phi$

$$SK\sigma = \frac{Q_{25\phi} + Q_{75\phi} - 2Q_{50\phi}}{2}$$

Sur l'histogramme de fréquence, trois cas de figure peuvent se présenter selon les valeurs de cet indice.



**Figure III.10** : Indice d'asymétrie et forme de la courbe de fréquence. [27]

- **SK = 0** (ou  $ast = 1$ ), le mode coïncide avec la médiane et la moyenne, les fractions fines et grossières sont classées symétriquement par rapport à la médiane,
- **SK > 0** (ou  $ast < 1$ ), la fraction grossière est plus importante donc mieux classée que la fraction fine. La médiane et le mode se situent à gauche de la moyenne,
- **SK < 0** (ou  $ast > 1$ ), la fraction fine est mieux classée que la fraction grossière. La médiane et le mode sont cette fois à droite de la moyenne. [27]

## Conclusion

La dimensionnalité d'une granulométrie est un vecteur à deux composantes : la dimension des classes et celle des fractions. Ce vecteur est propre à une méthode physique d'analyse.

Les nombreux paramètres représentatifs d'une granulométrie peuvent être convertis d'une dimensionnalité dans une autre, au moyen de formules de conversions générales ayant pour arguments les dimensionnalités initiales et finales.

Un classement naturel de ces formules est effectué grâce à des concepts unificateurs tels que celui de « poudre ordonnée » ou de « poudre uniforme équivalente ». Ces concepts imagés facilitent l'identification de la formule qui peut être appliquée à un cas concret.



## Introduction

Les gisements sédimentaires de phosphates naturels sont composés principalement d'apatite ; ils sont représentés surtout par les pôles fluorapatite-hydroxylée et/ou la fluorapatite carbonatée. Ces gisements sédimentaires peuvent contenir des apatites ayant une gamme très large de propriétés physiques et des caractéristiques chimiques et cristallographiques très variées, en raison des conditions géologiques et des altérations après dépôt. En plus de la matrice principale contenant le phosphore, les gisements phosphatés contiennent des minéraux accessoires ou des impuretés de la gangue qui se différencient selon les conditions de sédimentation.

Ces impuretés sont parfois géologiquement bien isolées sous forme de couches bien séparées ou intimement mélangées au minerai. Elles incluent, dans diverses combinaisons et concentrations, de la matière organique, de la silice, des minéraux argileux, de la calcite, de la dolomie et des oxydes hydratés de fer et d'aluminium. Elles ont une influence sur les processus de valorisation des phosphates et sur l'efficacité du phosphate naturel utilisé en application directe. La connaissance au préalable de la nature des stériles contenues dans le minerai phosphaté est très importante parce qu'elle permet de déterminer exactement le type de traitement approprié à ce minerai.

La calcination permet d'éliminer l'eau de constitution, de détruire la matière organique et de décomposer les carbonates. Cela se traduit par une augmentation substantielle de la teneur en phosphate, mais le but essentiel de l'opération est de réaliser les modifications chimiques qui permettront d'éliminer la chaux et l'oxyde de magnésium, qui proviennent de la décarbonatation, sous une forme facilement éliminable au post - traitement.

Les phénomènes thermique et chimique qui se produisent au cours de la phase de calcination, sont complexes et influencés par plusieurs paramètres dont la température, la durée de l'opération, la composition des phases gazeuses et solides.

### IV.1. Préparation des fractions granulométriques des échantillons

Durant notre stage au niveau de la chaîne de traitement du Djebel Onk, on a effectué un prélèvement d'un lot d'échantillon brut d'une masse de 14Kg. Le prélèvement a été effectué par période de 15 minutes pour chaque échantillon. On a prélevé une quantité

d'échantillon sur un tapis rouleaux dont le diamètre de sortie est de 20mm (après concassage) jusqu'à l'obtention de la masse désirée (14Kg) pour la suite de notre travail.

L'échantillon prélevé est acheminé au labo DO où il a été séché et subdivisé par un répartiteur de deux compartiments (diviseur) en quatre parties égales. La masse de chaque partie est 350g.

#### **IV.1.1. Analyse granulométrique**

Afin de déterminer la granulométrie des minerais de phosphate du gisement de Kef Es Sennoun, les quatre échantillons préparés, ont subi un classement granulométrique pour les diamètres allant de 1mm à 0,1 mm. On emboite les tamis d'ouverture de 1mm ; 0,1 mm et inférieure à 0,1mm les uns sur les autres, dans un ordre tel que la progression des ouvertures soit croissante du bas de la colonne vers le haut. En partie inférieure, on dispose un fond étanche qui permettra de récupérer les fillers pour une analyse complémentaire.

Le rendement pondéral de chaque tranche granulométrique a été déterminé, ainsi que des analyses chimiques ont été effectuées sur chaque tranche granulométrique.

### **IV.2.Traitement thermique**

#### **IV.2.1. Mode opératoire**

Des traitements thermique ont été effectués sur des fractions granulométrique (FG, FI, FF) de minerai de phosphate de Djebel Onk. On à traité quatre échantillon (E1, E2, E3, E4). Chaque échantillon étant subdivisé en trois autres, ayant chaque un une distribution granulométrique, pour effectuer par la suite un traitement thermique pour chaque fraction.

Les fractions préparées ont été introduites dans un four de marque carbolite AAF1100 (voire la figure) à différentes températures, à savoir :

- Les températures utilisées pour chaque tranche de différents échantillons (E1, E2, E3, E4) sont respectivement choisie comme suit : 600°C, 800°C, 1000°C.
- Le produit calciné est utilisé par la suite pour différentes analyses (physique, chimique et minéralogique)



**Figure IV.1 :** Four CARBOLITE AAF1100

### **IV.3. L'effet de température sur la granulométrie**

Afin d'étudier l'effet de la température sur la granulométrie, on a procédé à une analyse granulométrique complémentaire. Pour cela on a utilisé des tamis à mailles carrées. La dimension nominale d'un tamis correspond à la longueur du côté de la maille (en mm) (Norme AFNOR NF X 11-501).

Notre travail a été réalisé au niveau du laboratoire de Génie des procédés à l'université de Bejaia. La série des tamis utilisés sont : +1,0 mm ; 0,5mm ; 0,25mm ; 0,125mm ; 0 ; 1mm ; 0.063mm ; - 0,063mm .voir Figure III.4

#### **IV.3.1. Mode opératoire**

Les fractions granulométriques traitées à différentes températures (FG, FI, FF) ainsi que les fractions granulométriques de l'échantillon à l'état brut, ont été reconstituées afin de subir une autre analyse granulométrique. Chaque échantillon reconstitué a été versé en haut de la colonne et celle-ci est entrée en vibration à l'aide d'une tamiseuse électrique (fig. III.4).

Le temps de tamisage est fixé à 20min.



**Figure IV.2 :** Tamiseuse électronique

## **IV.4. Analyse et caractérisation**

### **IV.4.1. Analyse chimique**

Les analyses chimiques de  $P_2O_5$ ,  $MgO$  et  $CO_2$ , dans les fractions granulométriques sélectionnées, ont été réalisées par la méthode de spectrophotométrie d'adsorption atomique (saa). Pour  $MgO$ , le dosage est effectué via l'appareil Auto analyseur Technicon au laboratoire d'analyse chimique du complexe minier FERPHOS. Par contre le dosage de  $CO_2$  a été réalisé par la méthode calcimétrique de BERNARD (voir l'annexe).

### **III.4.2 Analyse minéralogiques**

#### **III.4.2.1 Etude par diffraction des rayons x**

Sans qu'il soit utile d'envisager les méthodes de recherche approfondie qui mènent à la connaissance fine de la structure cristalline, des procédés d'examen aux rayons X relativement simples peuvent être couramment appliqués au domaine des minéraux en grains. La diffraction des rayons X a été utilisée afin de révéler les éléments et les phases présentes dans nos échantillons.

La diffraction des rayons X (DRX) est une diffusion cohérente des photons X du faisceau incident (photons de même longueur d'onde que les photons X primaires) sur les électrons des atomes du réseau périodique du domaine analysé. En effet, chaque atome du matériau constitue une source secondaire de photons X en phase avec les photons X primaires (interférence constructive).

Un matériau polycristallin est formé d'une multitude de grains, chacun d'entre eux étant en fait un mono cristal constitué d'un empilement régulier d'atomes. Cet empilement peut être décrit par un ensemble de plans cristallins définis par une distance  $d_{hkl}$  qui dépend des indices de Miller (hkl). La famille de plans (hkl) fournit dans le réseau réciproque, une série de réflexions qui sont les directions de diffraction, et qui vérifient la relation de Bragg suivante :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$$

Où  $d_{hkl}$  est une distance inter réticulaire (distance entre deux plans cristallographiques),  $n$  étant l'ordre de diffraction (nombre entier),  $\theta$  et  $\lambda$  sont respectivement l'angle d'incidence et la longueur d'onde du faisceau de rayons X primaires. L'appareillage utilisé lors de cette analyse est un diffractomètre en géométrie de Bragg-Brentano de type PHILIPS Panalytical. Il est couplé à un ordinateur réalisant l'automatisation des balayages angulaires et des enregistrements. La source des rayons X est un tube scellé à anticathode de cuivre, dont le rayon X monochromatique a la longueur d'onde  $\lambda_{Cu} = 1.540598$

Analysés et disposés suivant un plan perpendiculaire au cercle du diffractomètre. On introduit dans l'ordinateur les paramètres d'analyse tels que l'intervalle de balayage et le temps d'acquisition par pas, sachant que l'analyse est effectuée dans une gamme angulaire de  $8^\circ$  à  $80^\circ$  en  $2\theta$ . Une fois l'analyse terminée, le spectre de diffraction est affiché par l'ordinateur sur lequel des logiciels de traitement sont installés. Parmi ces logiciels, X'Pert High Score dispose d'une banque de données et permet de comparer le diffractogramme résultant de l'analyse à des fiches normalisées PDF-2 (Powder Diffraction Files)

Par ailleurs, l'identification des phases est effectuée en faisant coïncider les pics du spectre avec ceux des éléments et composés donnés par les fiches PDF (voir annexe).

Un algorithme automatisé ne peut pas prendre seul la décision. En dernier ressort, c'est la compétence de l'utilisateur, son habilité et sa connaissance de l'échantillon, qui interviennent. Il est donc évident que le choix de ces fiches repose sur la nature chimique des échantillons analysés.

#### **IV.4.2.2. Préparation des échantillons**

##### **a. Broyage des échantillons**

Les échantillons traités à différentes températures ( $T_1=600^\circ\text{C}$ ,  $T_2=800^\circ\text{C}$ ,  $T_3=1000^\circ\text{C}$ ) et l'échantillon brut (témoin), sont broyés pendant quelques minutes (15mn), dans un broyeur mécanique de type RETCH / RM200 à vitesse comprise entre 100-120 Tr/min de façon à être réduite en une poudre fine.

##### **b. préparation des poudres**

Le montage des poudres se fait manuellement, par simple pression sur un porte échantillon métallique ainsi l'échantillon est aggloméré par pressage pour obtenir une surface bien plane et à la bonne hauteur.

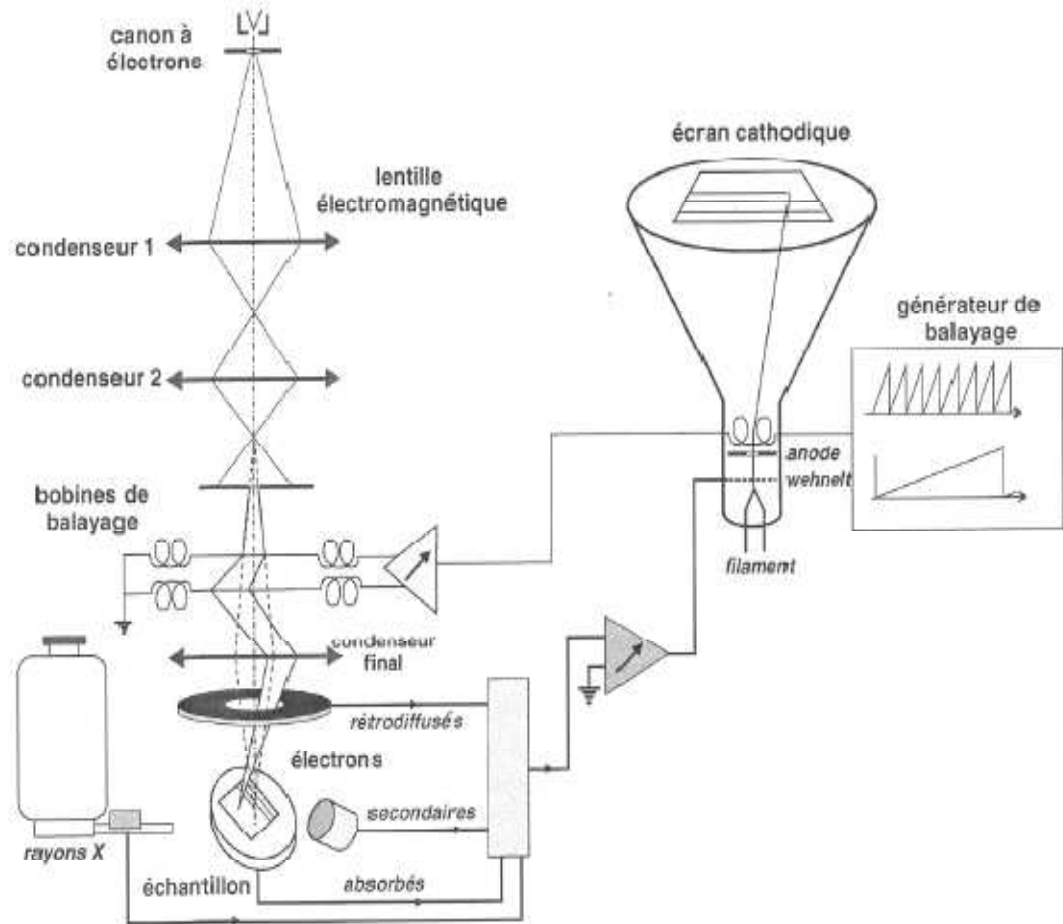
#### **IV.5. Observations microscopique des poudres**

##### **IV.5.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)**

La microscopie optique est un outil rapide pour évaluer la microstructure des échantillons, mais demeure limitative pour discriminer certaines microstructures. C'est pourquoi l'utilisation du microscope électronique à balayage (scanning electron microscope) est souvent justifiée par la nécessité de disposer d'un pouvoir de résolution élevé, d'une grande profondeur de champ ou encore d'associer l'analyse (qualitative et quantitative) à l'échelle micrométrique avec l'observation.

Le microscope électronique à balayage (MEB) est basé sur le déplacement contrôlé d'un faisceau d'électrons sur l'échantillon à caractériser. L'interaction des électrons du faisceau avec l'échantillon produit divers signaux (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons Auger, rayons X,...etc.) pouvant être analysés par le microscope.

Le faisceau d'électrons nécessaire pour le fonctionnement du MEB est produit et contrôlé dans la colonne du microscope. Cette colonne comporte : un canon à électrons contenant la source d'électrons et l'électrode accélérant pour la génération du faisceau, deux lentilles condensatrices pour réduire le diamètre du faisceau, des bobines de déviation pour balayer le faisceau d'électrons et une lentille objective finale pour focaliser à la surface de l'échantillon (Fig. IV.3). La colonne est opérationnelle sous un vide poussé et fournit des tensions d'accélération dans la gamme de 0.5KV à 30KV. Le diamètre du faisceau d'électrons à la surface de l'échantillon est typiquement dans la gamme de 10 à 100nm et varie en fonction du courant et de l'énergie du faisceau.



**Figure .IV.3 :** Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage.

L'image générée par le MEB n'est pas le résultat direct du grossissement de l'échantillon par un rayonnement comme dans un microscope optique mais une reconstitution de l'échantillon à l'aide de signaux venant des interactions électron-matière. Ces interactions peuvent révéler de l'information sur la nature de la topologie, la composition, la cristallographie, les propriétés électriques et beaucoup d'autres caractéristiques de l'échantillon. La compréhension des phénomènes menant à la formation de l'image est très importante pour bien interpréter l'information reçue.

Le MEB utilisé dans cette étude est un modèle Fei QUANTA 200, à haute résolution, avec une pointe d'émission en tungstène. Il est muni d'un spectromètre à dispersion d'énergie (EDS). Plusieurs modes d'observations liés aux différents types de signaux émis ont été utilisés : imagerie en électrons rétrodiffusés pour le contraste chimique, imagerie en électrons secondaires pour l'observation de la topographie et le mode EDS pour l'identification des différentes phases présentes dans les échantillons. La chambre à échantillons est équipée d'un platine porte objet permettant la fixation de l'échantillon et son

déplacement selon trois axes X, Y et Z et de sa rotation et de son basculement (X : 20mm, Y : 10mm, Z : 48 mm, R=360°).

#### **IV.5.2. La spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS)**

La spectroscopie à dispersion d'énergie EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) est une technique généralement couplée au MEB, permettant à la fois la détermination et la quantification des éléments chimiques présents dans un échantillon et ce avec une résolution spatiale de l'ordre de  $1 \mu\text{m}^3$ . Elle permet de détecter des éléments à partir du béryllium (Z=5) et à une concentration limite de l'ordre de 100 ppm. Quant à l'analyse quantitative, elle est possible par comparaison avec des témoins d'éléments purs ou de compositions connues. La résolution obtenue par l'EDS est liée à la dimension du volume analysé qui dépend de la tension d'accélération, de la cible et de l'énergie d'ionisation du niveau considéré.

Le principe consiste dans l'interaction des atomes de l'échantillon avec le faisceau d'électrons incident. Si une énergie suffisante est transmise à un électron de cœur (raies K, L, M), ce dernier peut s'échapper de sa couche électronique et rejoindre la bande de conduction en laissant son atome ionisé dans un état fortement excité. Afin de minimiser l'énergie, une désexcitation radiative se produit par cascade électronique des couches supérieures de l'atome vers la couche inoccupée d'énergie supérieure. La conservation du bilan énergétique global passe par l'émission simultanée d'un photon X d'énergie égale à la différence d'énergie entre les deux niveaux. L'énergie de ce photon est caractéristique de l'atome ionisé et donc de sa nature chimique. En pratique, on admet que le faisceau incident doit avoir une énergie au moins deux fois plus élevée que le seuil le plus énergétique que l'on veut détecter.

La microanalyse repose sur la détection et le comptage des photons X caractéristiques. Ces photons X sont recueillis par un détecteur semi-conducteur en silicium dopé au lithium (SiLi) placé dans la chambre du MEB. Les photons X pénétrant le semi-conducteur vont créer des paires électrons-trous et le nombre de paires créées est proportionnel à l'énergie du photon capturé. Par l'application d'une différence de potentiel aux bornes du cristal semi-conducteur, les paires d'électrons-trous créées vont induire un courant électrique dont l'intensité est proportionnelle à l'énergie du photon incident. Le signal ainsi créé va être amplifié puis classé par un analyseur multi-canal. De ce fait, on obtient le spectre d'intensité (nombre de photons X comptabilisés) en fonction de l'énergie des photons X incidents et donc de la composition chimique de l'échantillon.



Une fois le spectre acquis, l'identification des pics est effectuée par calibration en énergie préalable du spectromètre (vérification de la calibration sur la pièce du porte-échantillon). La correction des effets de matrices et la quantification étant effectuées de manière automatique par un logiciel de type EDAX associé. Par ailleurs, une connaissance de la démarche utilisée par le logiciel est très importante pour garder un esprit critique quant aux résultats obtenus.

## **Conclusion**

L'étude de l'effet de température sur les différentes tranches granulométriques (FG, FI, FF) de minerai de phosphate de Djebel Onk, nécessite l'association de plusieurs techniques. Ces techniques permettant :

- De définir les mailles optimales de libération des éléments phosphatés et les minéraux de la gangue ;
- l'identification qualitative et quantitative des différentes phases minéralogiques Présentes dans la matière première (L'analyse par DRX) ;
- la composition chimique en éléments majeurs et en éléments traces ainsi que leur distribution par tranche granulométrique ;
- le comportement thermique, en particulier la décomposition des carbonates de la gangue ; (Calcination de différents tranches).

## Chapitre V

### Etude de l'influence de traitement thermique sur la granulométrie de minerai de phosphate beige de Kef Es sennoun

#### Introduction

Après les différentes méthodes d'analyse utilisées avant et après un traitement thermique (chimique et minéralogiques (DRX, MEB)) on peut déduire l'influence de traitement thermique sur la granulométrie de minerai de phosphate beige de Kef Es Sennoun.

#### V.1 Analyse granulométrique

Les résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon de phosphate beige de Kef Sennoun avant traitement thermique sont rassemblés dans le tableau V.1

**Tableau V.1:** Analyse granulométrique de l'échantillon de phosphate beige avant traitement thermique

Diamètre (mm)	Masse(g)	Masse (%)	Refus cumulatif (%)	Passant cumulatif (%)
>1	8,175	2,34	2,34	97,66
0,1-1	282,58	80,79	83,13	16,87
<0,1	59	16,87	100	0
total	349,75	100		

Ces résultats montrent clairement que la majeure partie de la masse globale de l'échantillon étudié (plus de 50%) est représentée par la tranche granulométrique intermédiaire de dimensions +0,1 -1 mm.

Elle constitue ainsi la maille de libération optimale de séparation des éléments phosphatés. Les classes granulométriques grossière (+1mm) et fine (-0,1mm) représente 2,32 et 17,53% en poids du tout-venant. Le tableau III.1 illustre les pourcentages pondéraux en refus et en cumulés pour l'ensemble des classes granulométriques utilisées.

Il ressort de ces résultats que la fraction intermédiaire (FI) est majoritaire dans l'échantillon et présente 80,15% en masse de l'échantillon global, par contre les deux fractions grossière (2,32%) et fine (17,53%) sont minoritaires.

## V.2. Analyses chimiques

La calcination est le processus de soumission d'une substance à l'action de la chaleur, mais sans fusion, dans le but de provoquer un changement dans sa constitution physique ou chimique.

### V.2.1. Caractérisation chimique avant traitement thermique

Les résultats des analyses chimiques de  $P_2O_5$ ,  $MgO$ ,  $CO_2$  des fractions granulométriques avant le traitement thermique, sont illustrés dans le Tableau.2

**Tableau V.2 :** Analyse chimique (%  $P_2O_5$ , % $MgO$ , % $CO_2$ ) des fractions granulométriques de minerai de phosphate brut (avant le traitement thermique).

Fraction granulométrique en (mm)	% $CO_2$	% $MgO$	% $P_2O_5$
Global	08,34	01,99	27,49
>1	14,85	04,31	20,17
0,10-1	07,66	01,36	28,89
<0,10	12,88	03,75	22,40

D'après ces résultats, on remarque que la fraction la plus riche en  $P_2O_5$  par rapport à l'échantillon global est la fraction granulométrique intermédiaire, avec un % de  $P_2O_5$  28,89% et un %  $CO_2$  faible par rapport aux fractions grossière et fine ayant un %  $P_2O_5$  faible (20,17% et 22,40%) et un %  $CO_2$  très important de 14,85% et 12,88%, respectivement qui est lié principalement à l'importance des carbonates et de la matière organique constituant ainsi le stérile fin et grossière.

Par ailleurs, ceci nécessite un traitement minéralurgique pour une meilleure libération des particules phosphatées et la réduction des carbonates (dolomite et magnésite).

### V.2.2. Caractérisation chimique après traitement thermique

Des analyses chimiques (%P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, % MgO et % en CO<sub>2</sub>) ont été réalisées sur les échantillons obtenus et broyés dans l'objectif de suivre leur évolution après traitement thermique. Les résultats obtenus sont rassemblées dans le Tableau V.3

**Tableau V.3** : Analyse chimique des échantillons après traitement thermique

Ouvertures des tamis (mm)	600°C			800°C			1000°C		
	%CO <sub>2</sub>	%MgO	%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	%CO <sub>2</sub>	%MgO	%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	%CO <sub>2</sub>	%MgO	%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
>1	14,67	4,61	20,75	4,00	5,11	23,84	1,33	5,24	23,88
0,10	7,33	1,53	29,50	4,33	1,39	30,98	1,33	1,53	31,33
>0,10	12,33	3,68	22,76	1,67	3,99	25,32	1,00	4,28	26,21

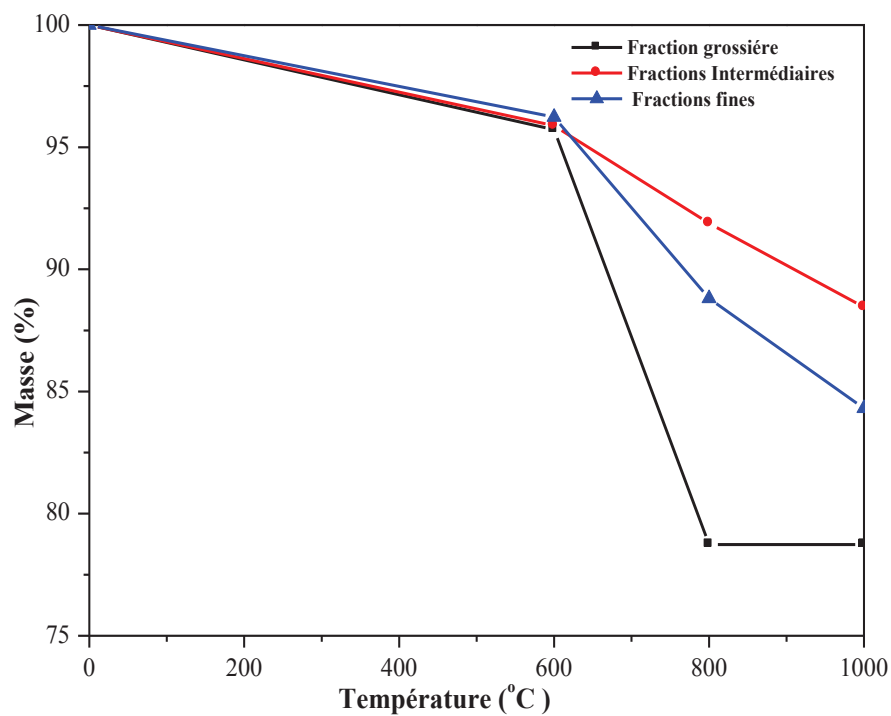
Les résultats montrent :

- Une évolution de la teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> après le traitement à différentes températures pour toutes les fractions granulométriques. Cela est dû à la libération des particules phosphatées après destruction des carbonates par effet thermique.
- Une diminution de % en CO<sub>2</sub> par augmentation de la température ce qui est due au dégagement de ce dioxyde contenue dans les matières organique détruites et les carbonates décomposés.
- Une légère variation de % MgO par augmentation de la température, soit pour la fraction grossière, fine ou intermédiaire (la présence modérée de la dolomite avec très peu de calcite et matières siliceuses).

### V.3. Variation de la masse en fonction de la température

**Tableau V.4:** Pourcentage des masses des échantillons à différentes températures

Diamètre (mm)	Avant calcination		à 600°C	à 800°C	à 1000°C
	Masse(g)	Masse(%)	Masse(%)	Masse(%)	Masse(%)
>1	8,18	100	95,72	78,73	78,73
0,1-1	282,58	100	96,80	91,88	88,45
<0,1	59	100	96,23	86,81	84,31



**Figure V.1 :** Variation de la masse des trois fractions (FF, FI et FG) en fonction de différentes températures (600°C, 800°C et 1000°C).

Les résultats illustrés sur la figure V.1 ont montré deux pertes de masses successives, en relation avec trois domaines de températures (600 °C, 800 °C et 1000 °C).

- La première perte de masse est observée entre la température ambiante et 600°C, elle est attribuée à la déshydratation de l'eau structurale et la décomposition de la matière organique, cette perte est importante dans la fraction grossière (4,28%), que dans les fractions intermédiaire et fine, respectivement 3,20% et 3,77%.

- La deuxième perte de masse la plus importante par rapport à la première perte, observée entre 600 °C et 1000°C, correspond à la décomposition des carbonates en libération de CO<sub>2</sub> (la calcite et la dolomite), cette perte est prononcée dans les fractions grossière et fine respectivement 21,27% et 15,69% et qui est due à l'importance de la gangue carbonatée, et faible dans la fraction intermédiaire 11,55% riche en particules phosphatées.

#### **V.4 Etude de la composition minéralogique par diffraction des rayons**

L'analyse par diffraction à rayon X a été effectuée sur les échantillons de phosphate de djebel Onk pour les fractions granulométriques grossière, intermédiaire et fine, calcinées à 600°C à 800 °C et avant calcination.

➤ Les résultats d'analyse minéralogique illustrés par les diffractogrammes de la figure V.2 ont montrés une différence entre les classes fine, intermédiaire et grossière. En effet, les raies caractéristiques des éléments phosphatés sont plus intenses dans la fraction intermédiaire (maille de libération des particules phosphatées) que dans la fraction fines et grossière. (maille de libération des particules phosphatées). En revanche, les éléments carbonatés (dolomite et calcite) ainsi les éléments silicatés (quartz) est beaucoup plus prononcés dans les fines et la fraction grossière et moins importante dans la fraction intermédiaire.

Nous avons noté également la présence de la deerite avec des quantités importante dans la fraction fine.

➤ Les résultats minéralogiques de la fraction grossière présentés dans la figure V.3, mettent en évidence la présence importante des éléments de la gangue principalement des carbonates (dolomite et calcite), des éléments silicatés ( quartz ) dans la fraction avant calcination, quasi stable pour la fraction calciné à 600 °C et faible intensité dans les fractions calcinées à 800°C .

En effet, les phases minérales apatitiques recherchées (les éléments phosphatés) se concentrent dans la fraction calcinée à 800°C (intensité élevée) et dans la fraction calcinée à 600°C (quantité relativement importantes). Elles existent en faible quantité dans la fraction avant calcination.

➤ Les pics des échantillons de la fraction intermédiaires, ont montrés une diminution de l'intensité des raies caractéristiques des carbonates (dolomite) sont plus

intense dans la fraction avant calcination que dans le calciné à 600°C, voir négligeable dans le calciné à 800°C.

Contrairement à la phase minérale apatitique (élément phosphaté) qui se concentre dans la fraction calciné à 800°C, elle est relativement importante dans le calciné à 600°C et moins importante dans la fraction avant calcination. Voir la figure V.4

➤ Le diffractogramme de la fraction fine représenté par la figure V.5 a montré la présence des raies caractéristiques des carbonates (dolomite et calcite), éléments silicatés qui sont relativement importants dans la fraction avant calcination. En revanche la phase dolomitique est beaucoup plus prononcée avant calcination.

Ces résultats montrent que les éléments phosphatés sont moins intense avant calcination qu'après calcination à 600°C.

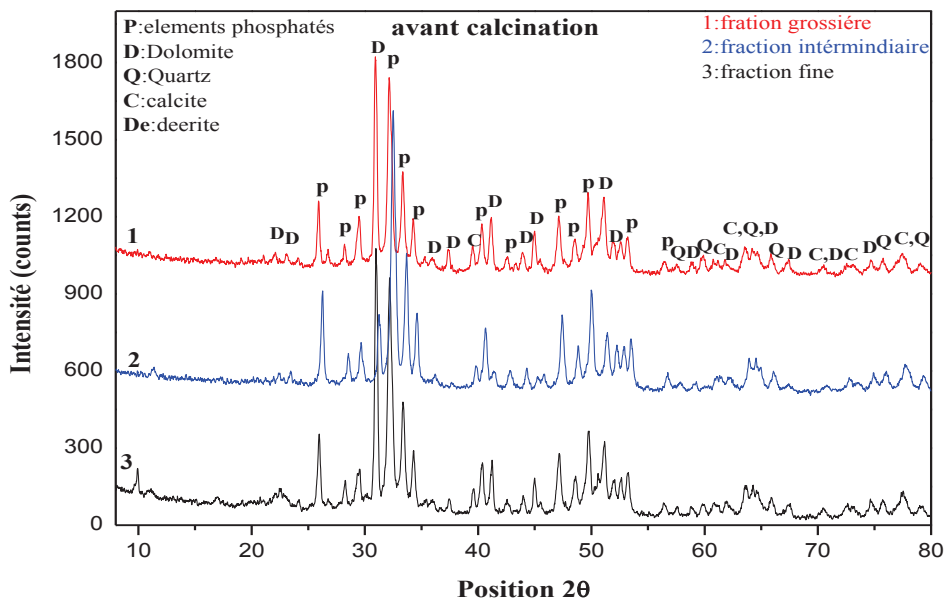


Figure V.2 : Diffractogrammes des rayons X du minerai de phosphate brut

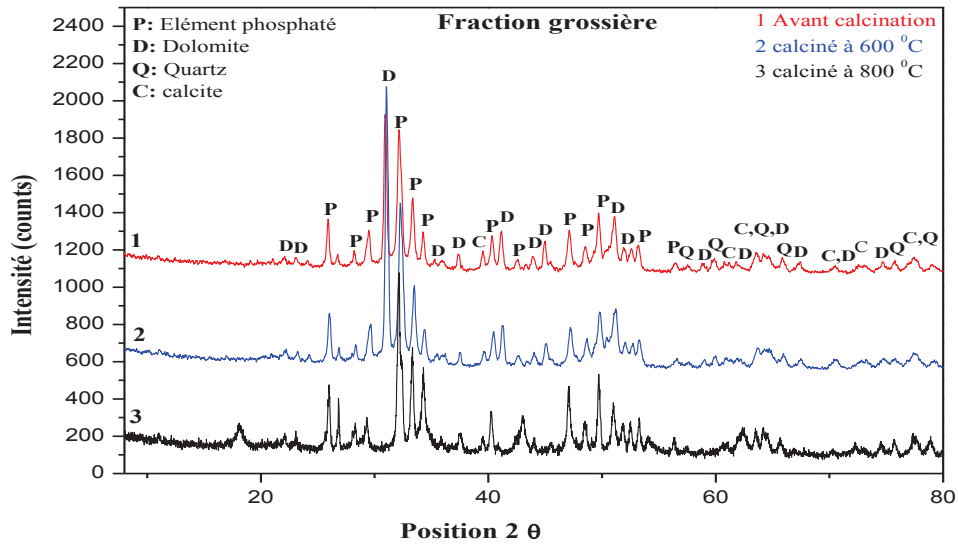


Figure V.3 : Diffractogrammes des rayons X de la fraction grossière avant et après traitement thermique à 600°C et à 800°C.

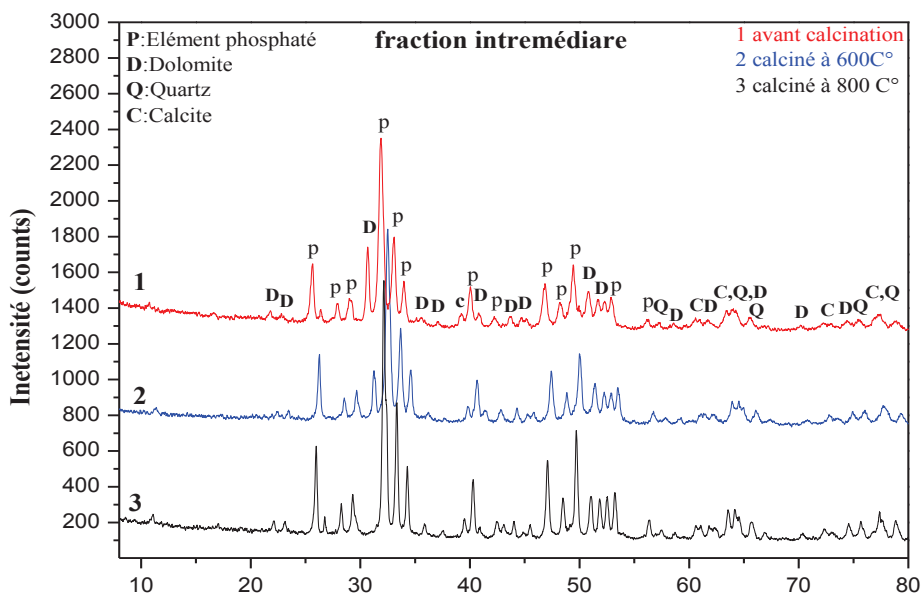
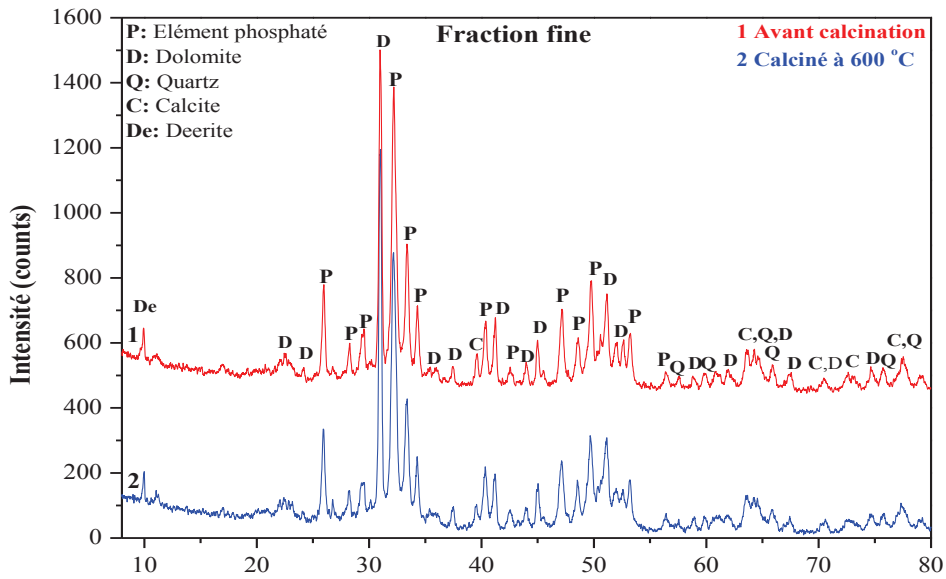


Figure V.4: Diffractogrammes des rayons X de la classe intermédiaire avant et après traitement thermique à 600°C et à 800°C.





**Figure V.5:** Diffractogrammes des rayons X de la fraction fine avant et après traitement thermique à 600°C.

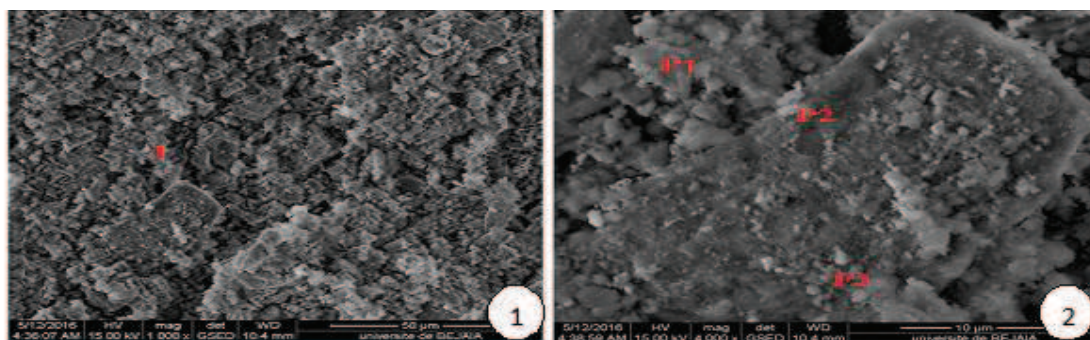
### V.5 : Observations au Microscope Electronique à Balayage

L'analyse de la microstructure d'un échantillon permet de caractériser sa morphologie en dévoilant la répartition et la taille des grains et des pores, la présence d'une phase vitreuse et d'inclusions, cette caractérisation est effectuée par microscopie électronique à balayage [23].

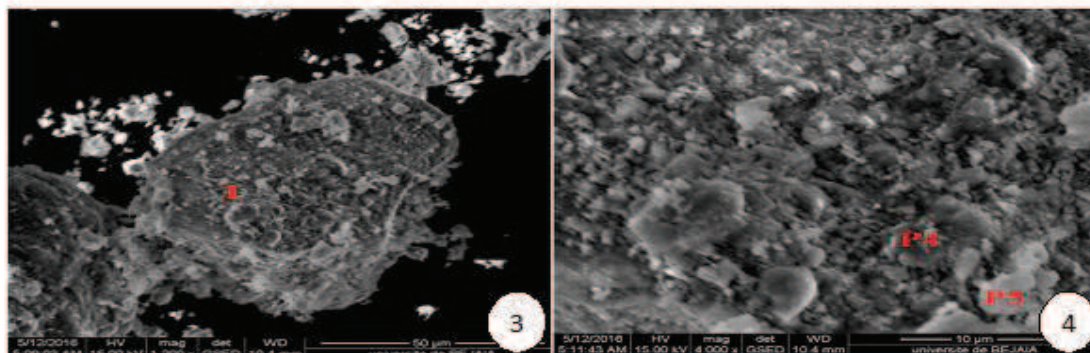
Des observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées pour les fractions granulométriques après traitement thermique à 800°C, 1000°C afin d'étudier sa morphologie et sa structure (en mode électrons secondaires).

D'une façon générale, ces résultats montrent une grande similitude au niveau de la taille, de la forme et de la fréquence des grains.

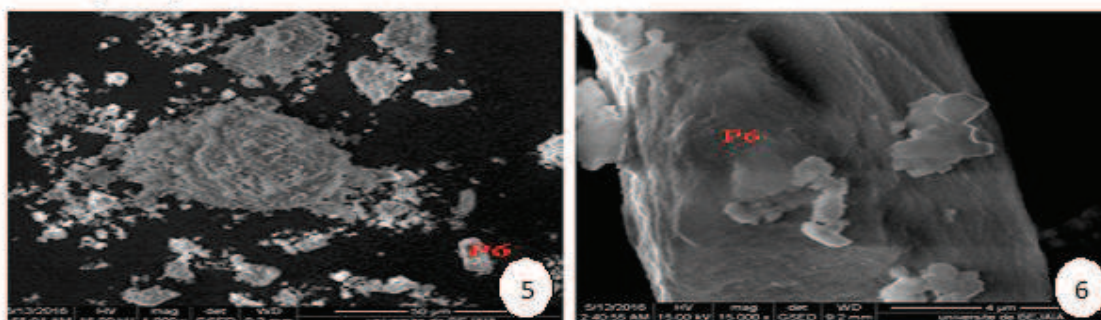
Les résultats obtenus par MEB sont représentés par la figure V.6



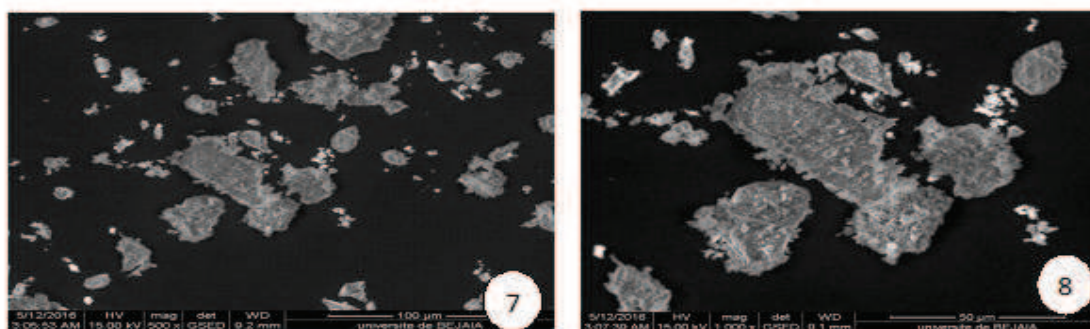
(a) morphologie de la fraction intermédiaire à 800°C



(b) morphologie de la fraction fine à 800°C



(c) morphologie de la fraction intermédiaire à 1000°C



(d) morphologie de la fraction fine à 1000°C

**Figure V.6 :** Micrographies au MEB des fractions granulométriques intermédiaire et fine après traitement thermique à 800°C et à 1000°C.

**Tableau V.5 :** Micrographies au MEB des fractions granulométriques (FI, FF) calciné à 800°C et 1000°C

Echantillons	Photos	Interprétations
Fraction intermédiaire calciné à 800°C	Photo 1	vue générale du minerai de phosphate, montrant des grains de phosphates, de gangue silicaté (quartz) et carbonatés (calcite et dolomite).
	Photo 2	matrice très variée, constituée essentiellement des particules Phosphatées (p1) et (P2), présence des éléments silicatés en (P3).
Fraction fine calciné à 800 °C	photo3	Micrographie d'une matrice phosphatée associée avec la gangue silicatée et carbonatés.
	Photo 4	Matrice très varié constitués essentiellement des éléments silicatés (quartz) en point 4 avec apparition des éléments argileux en point 5.
Fraction intermédiaire calciné à 1000°C	Photo 5	Vue d'ensemble dominée par une forte puissance d'éléments phosphatés.
	Photo 6	Micrographie d'une matrice phosphatée dont présence majeur des éléments phosphatés (carbonate-hydroxylapatite) en point 6.
Fraction fine calciné à 1000°C	Photo 8	Eléments phosphatés (carbonate hydroxylapatite) réorganisés ou ré agglomérés par effet de la température.

Une analyse chimique de surface est aussi possible grâce à une méthode d'analyse des photons émis lors de la réorganisation d'atomes ou de molécules ayant subi un bombardement électronique. La profondeur d'analyse est de l'ordre du micro. Les résultats des analyses EDX sont représentés dans les figures suivantes

La composition de ces matrices minérales avant et après traitement thermique fait apparaître une majorité de phosphore (P), calcium (Ca) qui composent la matrice phosphatée, et de magnésium (Mg) qui composent la dolomite (abondante dans les fines et les grossière) ainsi que des éléments silicatés (Si, Al, Na) qui composent la matrice argileuse.

Les résultats illustrés dans les tableaux ci dessous, montrent que la composition chimique varie selon le point analysé, est constitué d'une matrice phosphatée poreuse avec des agrégats d'éléments de silicium, d'alumine, de fer, du soufre, du magnésium et le calcium, présents sous forme de quartz ( $\text{SiO}_2$ ), de dolomite ( $\text{Ca Mg} (\text{CO}_3)_2$ ), de calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) et de la pyrite ( $\text{FeS}_2$ ).

**Tableau V.6.** Composition chimique par analyse EDX de la fraction intermédiaire après traitement thermique à 800°C, associée à la figure V.7

Eléments	C	O	F	Na	Mg	Al	Si	P	S	Ca	Fe	Cu
<b>% massiques</b>	7,33	38,36	0,22	0,55	1,77	0,93	3,40	10,34	1,22	34,28	1,12	0,47

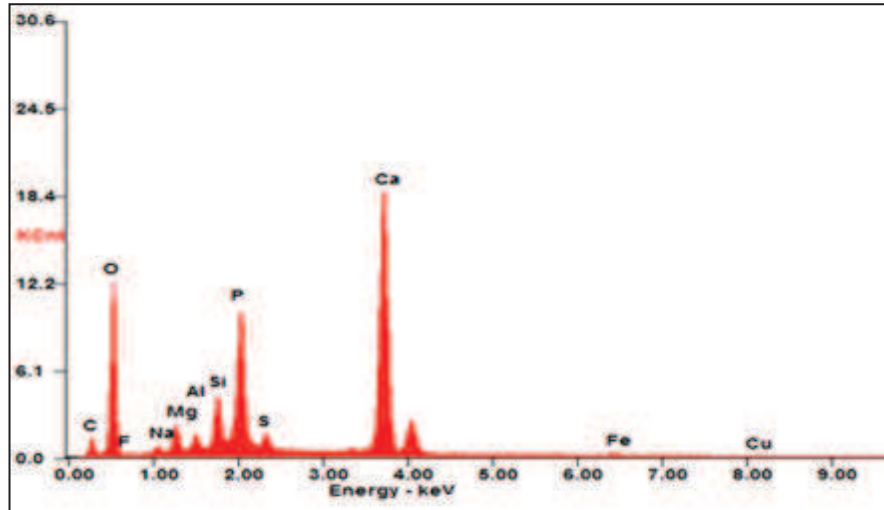


Figure V.7 : Spectre EDX-01 de la micrographie des particules phosphatées. Figure V.6. Photo 1.

Tableau V.7 : Composition chimique par analyse EDX de la fraction intermédiaire après traitement thermique à 800°C, associée à la figure V.8

Eléments	C	O	F	Na	Mg	Al	Si	P	S	Ca	Fe	Cu
%massiques	7,48	37,38	0,29	0,48	0,71	0,39	1,37	12,95	1,37	36,60	0,47	0,50

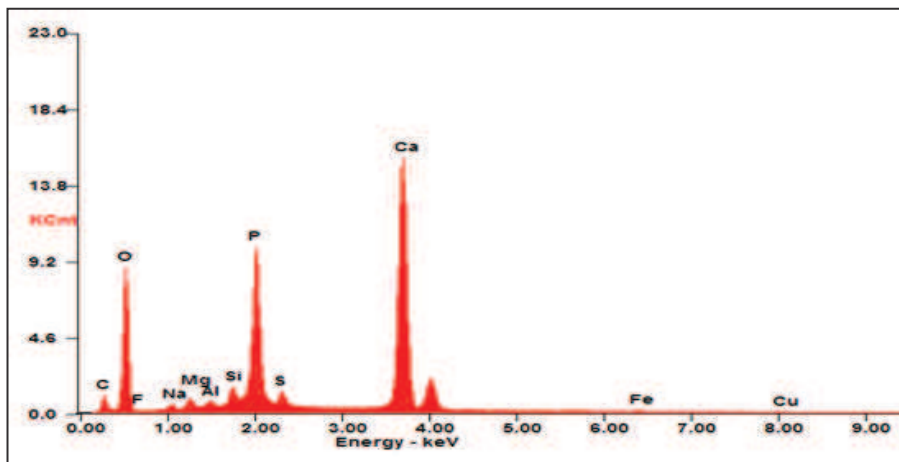
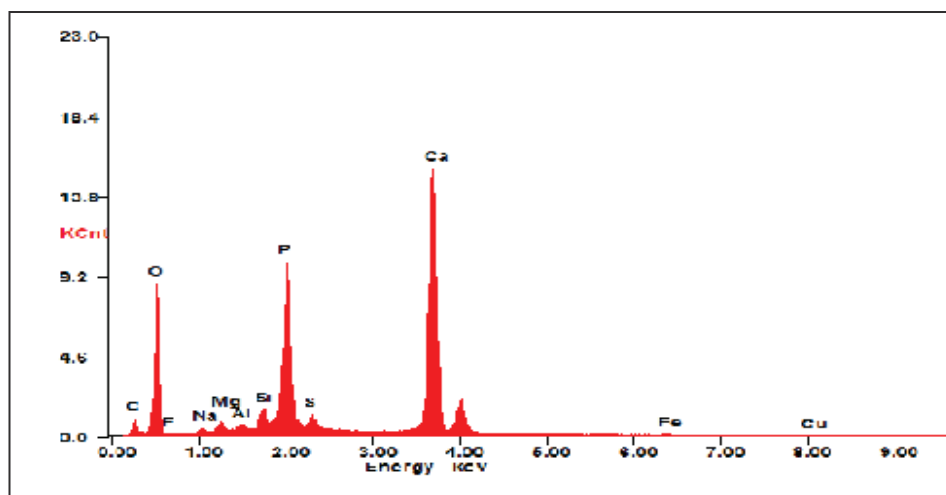


Figure V.8 : Spectre EDX-01 de la micrographie des particules phosphatées. Figure V.6 Photo 2 (point1)

**Tableau V.8 :** Composition chimique par analyse EDX de la fraction intermédiaire après traitement thermique à 800°C, associée à la figure V.9

Eléments	C	O	F	Na	Mg	Al	Si	P	S	Ca	Fe	Cu
% massiques	7,23	39,38	0,30	0,46	0,86	0,49	1,67	11,94	1,57	35,10	0,70	0,29



**Figure V.9 :** Spectre EDX-01 de la micrographie des particules phosphatées. Figure 6. Photo 2 (point2).

**Tableau V.9:** Composition chimique par analyse EDX de la fraction intermédiaire après traitement thermique à 800°C, associée à la figure V.10

Eléments	C	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Fe
% Atomique	8,24	29,92	0,57	2,12	1,17	6,22	9,13	1,42	0,33	39,88	1,82

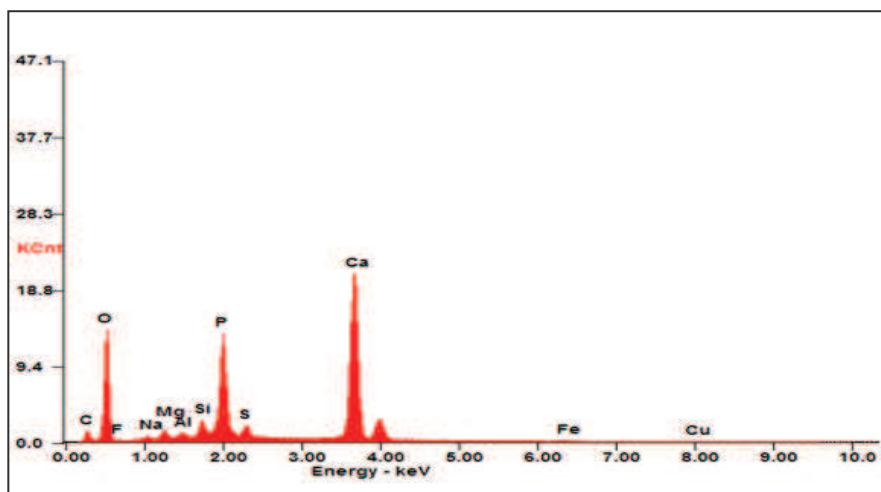


Figure V.10 : Spectre EDX-01 des particules phosphatées et des éléments silicatés (Quartz) de la micrographie. Figure 6. Photo 2 (point 3).

Tableau V.10 : Composition chimique par analyse EDX de la fraction fine après traitement thermique à 800°C, associée à la figure V.11

Eléments	C	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Ti	Cr
% massiques	13,87	41,14	0,32	0,51	2,96	1,88	7,75	4,10	1,22	1,20	23,34	0,09

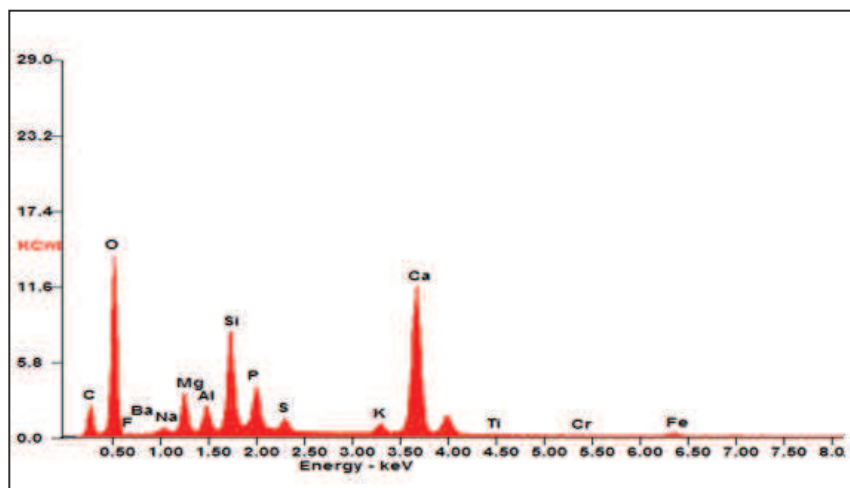
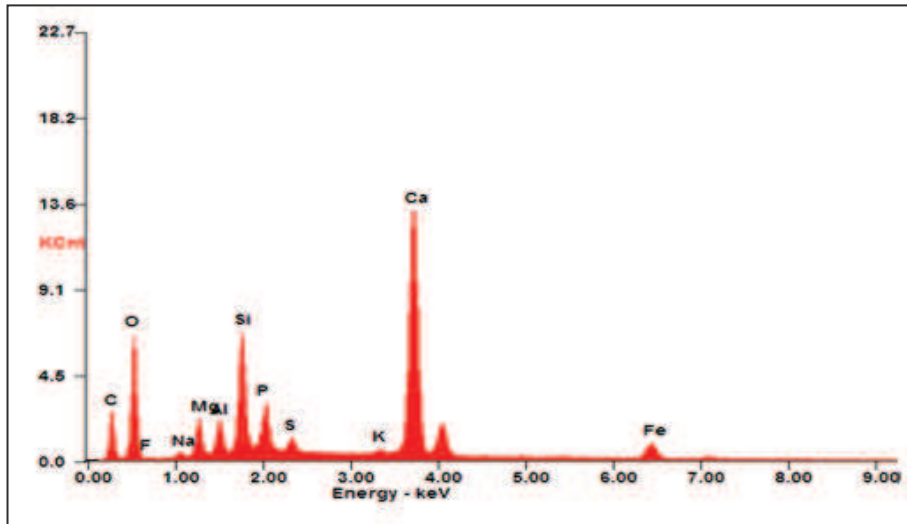


Figure V.11 : Spectre EDX-01 de la micrographie des éléments silicatés (quartz).Figure 6. Photo 3 (profit horizontale).

**Tableau V.11** : Composition chimique par analyse EDX de la fraction fine après traitement thermique à 800°C, associée à la figure V.12

Eléments	C	O	F	Na	Mg	Al	Si	p	S	K	Ca
% massiques	17,17	26,46	0,25	0,43	2,51	2,26	7,71	3,73	1,19	0,56	30,54



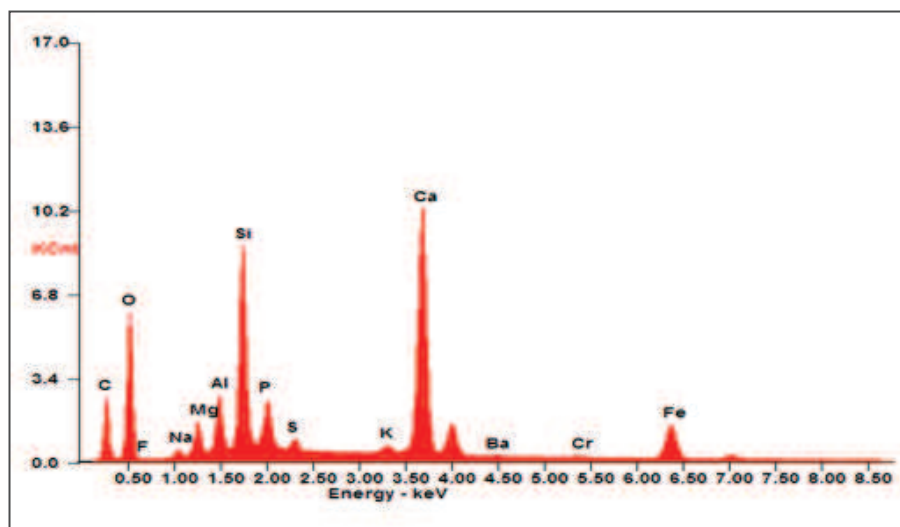
**Figure V.12** : Spectre EDX-01 de la micrographie des particules phosphatées.

Figure V.6. Photo 4 (point 4).

**Tableau V.12** : Composition chimique par analyse EDX de la fraction fine après traitement thermique à 800°C, associée à la figure V.13.

Eléments	C	O	F	Na	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Ba
% massiques	18,86	23,61	0,12	0,41	1,66	2,83	10,41	2,98	0,69	0,73	24,63	0,28

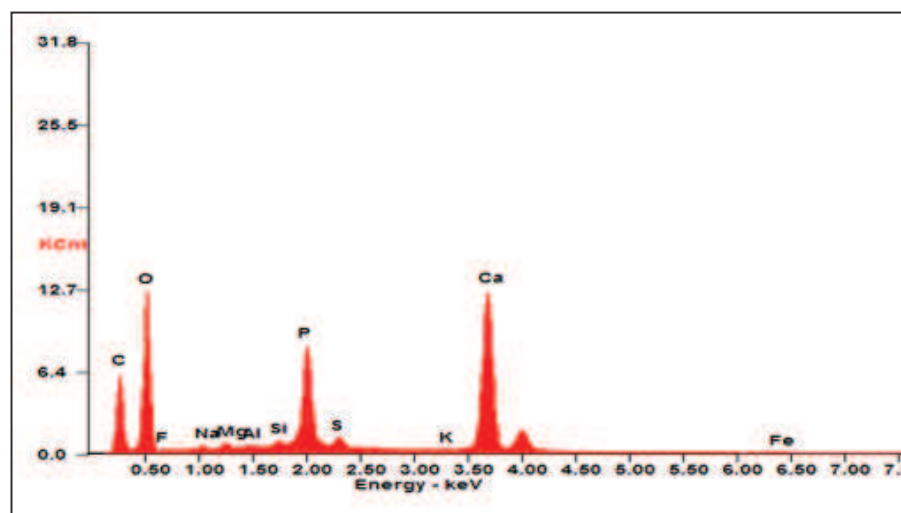




**Figure V.13** : Spectre EDX-02 de la micrographie des éléments silicatés et carbonatés, argiles. Figure 6. Photo 4 (point 5).

**Tableau V.13** : Composition chimique par analyse EDX de la fraction fine après traitement thermique à 1000°C, associée à la figure V.16

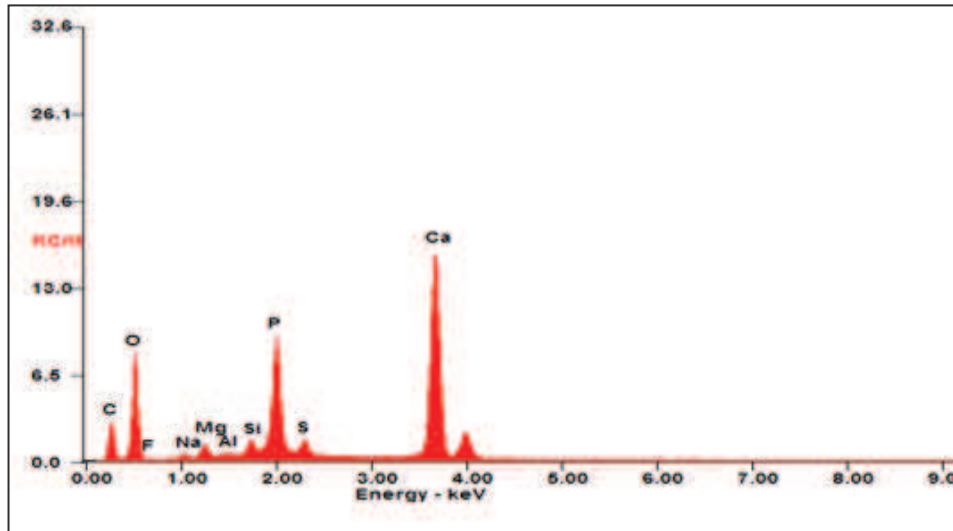
Eléments	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	Fe
% massiques	17,27	37,55	2,36	0,77	1,47	11,43	1,56	36,10	0,49



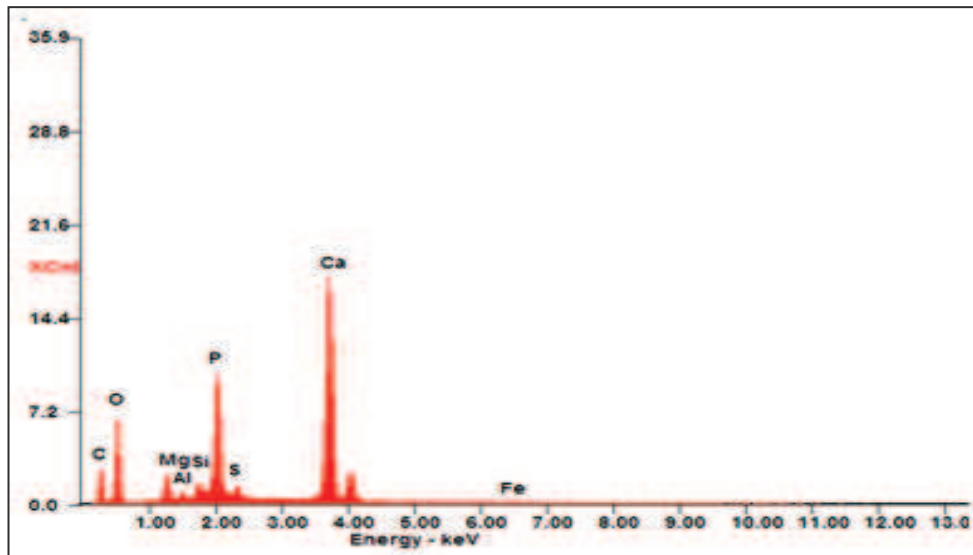
**Figure 14** : Spectre EDX-02 de la micrographie des particules phosphatées .Figure 6, Photo5.

**Tableau V.14 :** Composition chimique par analyse EDX de la fraction intermédiaire après traitement thermique à 1000°C, associée à la figure V.15

Eléments	C	O	F	Na	Mg	Al	Si	P	S	Ca
% Atomique	17,93	31,99	0,53	0,59	1,29	0,42	1,42	0,87	1,73	33,25



**Figure 15 :** Spectre EDX-02 de la micrographie des particules phosphatées Figure 6, Photo 6 (point 6).



**Figure V.16 :** Spectre EDX-02 de la micrographie des particules phosphatées. Figure 6. Photo8.

## V.6. L'influence de température sur la granulométrie de minerai de phosphate

Cette partie réalisée au laboratoire de technologie des matériaux de l'université A/Mira-Bejaia .elle est consacrée à l'étude de l'influence de traitement thermique sur les différentes tranches granulométrique (1 ; 0,5 ; 0,25 ; 0,125 ; 0,1 et 0,063 mm).

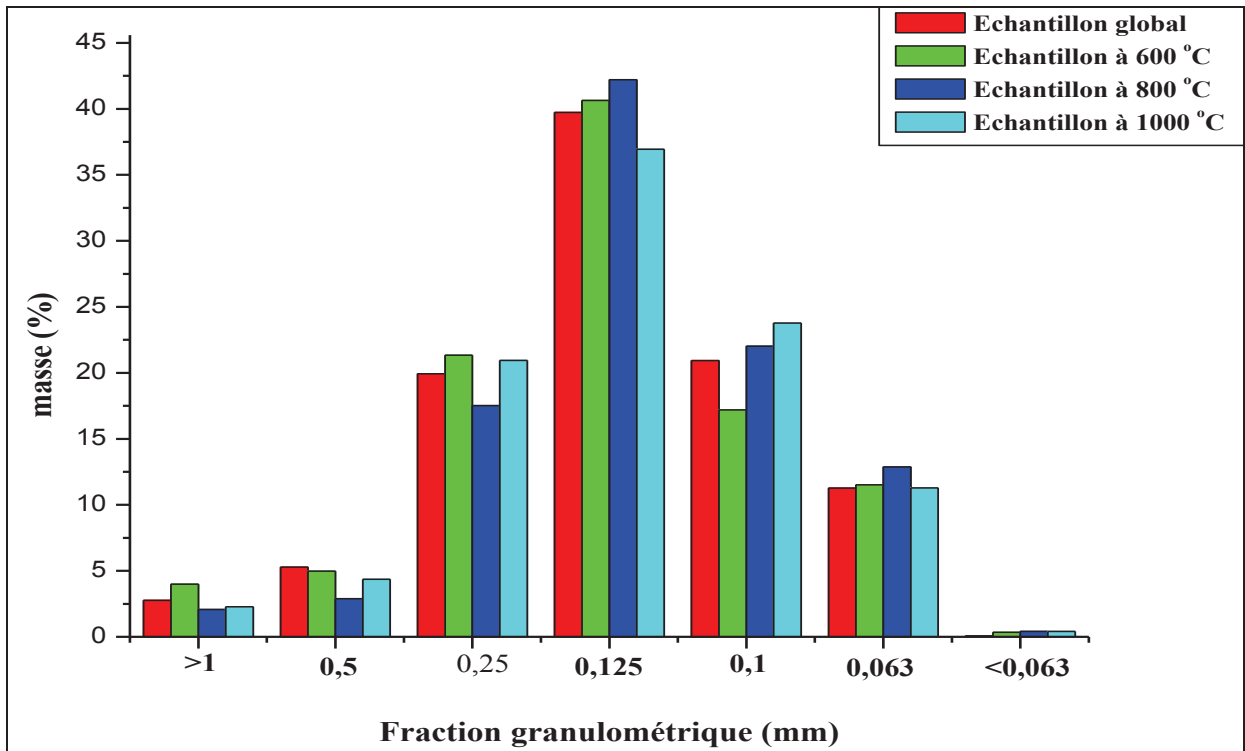
Trois échantillons ont été préparés pour des essais de calcination pendant 10 minutes, et un échantillon témoin (non calciné) après tamisage. Les paramètres et les indices granulométriques ont été calculés pour montrer s'il y a à lieu des modifications par traitement thermique.

### V.6.1. Analyse granulométrique

Les résultats de l'analyse granulométrique de différents échantillons sont représentés dans les tableaux suivants et sur les figures V.17 ci-dessous, sous forme d'un histogramme qui présente la distribution en poids % de minerai, pour les échantillons avant (T° amb) et après traitement thermique à 600°C, 800°C, et 1000°C

**Tableau V.15 :** Analyse granulométrique avant et après traitement thermique (à 600°C, à 800°C et 1000°C).

Ouvertures des tamis (mm)	Dimension (Phi)	Masse retenue (%)			
		T° amb	600°C	800°C	1000°C
1	0	2,77	3,99	2,07	2,28
0,5	1	5,29	4,98	2,89	4,36
0,25	2	19,94	21,34	17,52	20,94
0,125	3	39,73	40,64	42,21	36,94
0,1	3,32	20,93	17,19	22,02	23,77
0,063	3,99	11,27	11,51	12,87	11,29
<0,063	<3,99	0,08	0,35	0,41	0,41
Total		100	100	100	100



**Figure V.17** : Histogramme de pourcentage en masse en fonction des ouvertures des tamis avant et après calcination.

Il ressort, de l'examen direct des résultats granulométriques, que la grande majorité de phosphate de Djebel Onk qui est d'environ 92%, 95% et 93,35% respectivement à T°amb , à 800°C et à 1000°C est localisée dans la fraction granulométrique inférieure à 0,25 mm ( < 3, 98 en unité  $\phi$  (phi)). Cette augmentation est expliquée par l'effet de la température sur la réduction de la taille des particules grossières (+0,25mm) qui se brisent pour alimenter les particules fines (<0,25).

Après traitement thermique, les résultats de l'analyse granulométrique par tamisage obtenus montre que:

- Le % en masse de toutes les fractions granulométriques a varié après calcination à différentes températures.

- En effet pour les produits calcinés à 800°C, on enregistre une diminution de % en masse des fractions grossières allant de 0,25 à 1 mm de 28% à 22% et cela de 2,77 à 2,07% pour la fraction supérieure à 1mm, et de 5,29 à 2,89 % pour la fraction +0,5-1 mm et de 19,94 à 17, 52% pour la fraction +0,25 -0,5, ceci est probablement expliqué par le choc thermique qu'à subit ces fractions ce qui conduit à la réduction de leur taille. Par

conséquent, le % en masse des fractions inférieures à 0,125 mm a augmenté en raison de son alimentation par les grains des fractions supérieures.

- En effet, le % en masse a augmenté de 39,73% à 42,21% pour la fraction +0,125-0,25mm, de 20,93% à 22,02 % pour la fraction +0,1-0,125 mm, de 11,27 à 12,87% pour la fraction +0,063 et -0,1mm et de 0,08 à 0,41% pour la fraction <0,063 mm.
- De même le % en masse retenue diminue légèrement après calcination à 1000°C pour les fractions +0,125mm et augmente sensiblement pour les fractions -0,1mm.

Par contre le traitement à 600°C a donné une légère influence sur la granulométrie du minerai.

Les modifications apportées à la granulométrie du minerai de phosphate par le traitement thermique principalement à 800°C et 1000°C sont liées aux différentes réactions chimiques qui avaient lieu durant la calcination à savoir la déshydratation, la destruction des matières organiques et les carbonates principalement importantes dans les fractions grossières et fines ce qui est confirmé par les résultats des analyses chimiques réalisées.

## V.6.2. Calcul des paramètres caractéristiques de la granulométrie

### V.6.2.1. Les diamètres caractéristiques et surface spécifique

Les valeurs numériques représentatives des diamètres équivalents en volume ( $d_v$ ) en surface volumique ( $d_{sv}$ ) ainsi que la surface spécifique sont évaluées avant et après traitement à différentes températures (600°C ; 800°C ; 1000 °C) et elles sont représentées dans le tableau V.16

**Tableaux V.16:** Les diamètres caractéristiques et surface spécifique des échantillons avant et après traitement thermique à différentes températures

	<b>Tamb</b>	<b>600°C</b>	<b>800°C</b>	<b>1000°C</b>
<b>Dv (mm)</b>	0,250	0,263	0,223	0,239
<b>Dsv (mm)</b>	0,167	0,169	0,155	0,160
<b>S0 (mm<sup>2</sup>/mm<sup>3</sup>)</b>	36,101	35,488	38,663	37,422

Les résultats portés sur le tableau IV.9 montrent une diminution de diamètre équivalent en volume  $d_v$  et de diamètre équivalent en surface volumique principalement pour les produits calcinés à 800 °C et 1000°C accompagnée d'une augmentation significative de la surface spécifique de 36,101 à 38,668  $\text{mm}^2/\text{mm}^3$  à 800°C et de 36,101 à 37,422 $\text{mm}^2/\text{mm}^3$  à 1000°C. En effet cette diminution des diamètres est attribuée à la réduction de volume de l'échantillon par effet thermique ce qui conduit à l'augmentation de sa surface par réorganisation des minéraux (principalement les minéraux argileux).

### V.6.2.2. Les coefficients granulométriques

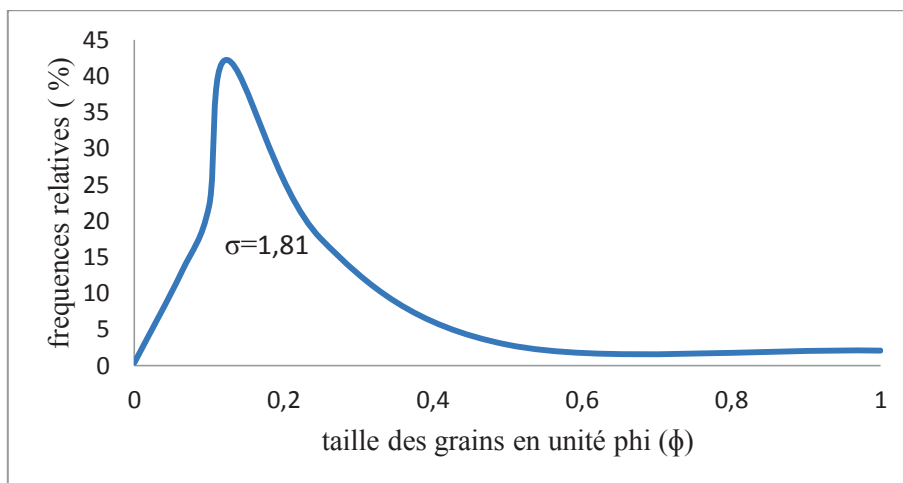
Les résultats des analyse granulométrique nous a permis de calculer les coefficients caractéristique de la granulométrie de minerai avant ( $T^\circ\text{amb}$ ) et après traitement thermique

**Tableau V.17:** Les coefficients granulométriques des échantillons Cu et Cc à différentes températures

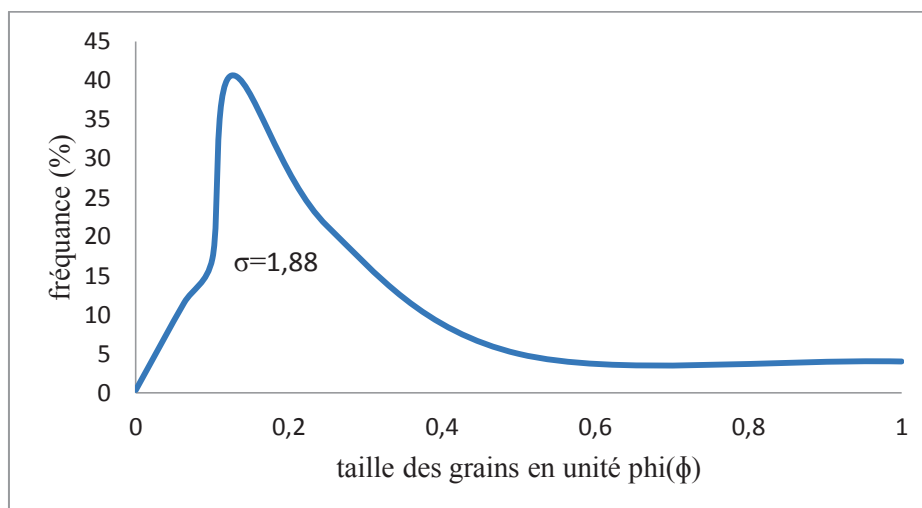
Température (°C)	Cu	Cc	Interprétation
$T^\circ\text{amb}$	2	0,67	granulométrie serrée uniforme (importance des fines) $\text{Cu} < [2,5]$ et $\text{Cc} < 1$
600	2,2	0,77	
800	2	0,024	
1000	1,86	0,025	

### V.6.2.3. Les indices granulométriques

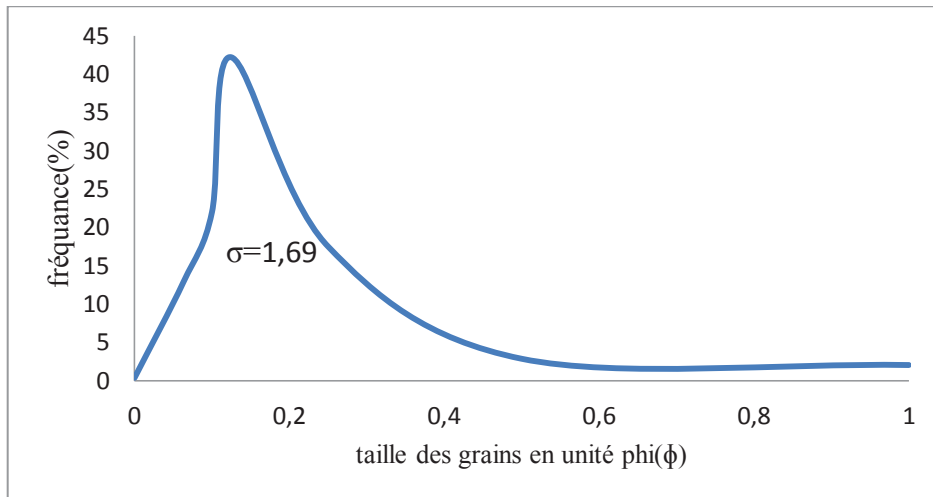
Pour déterminer les paramètres granulométriques les plus utilisés, on trace la courbe de fréquence relative en fonction de la dimension des particules (en unité phi) pour les échantillons avant et après traitement thermique. Les résultats de calcul obtenus sont montrés dans les tableaux (V.18, V.19, V.20). Et figures (V.18, V19, V20, V.21) si dessous.



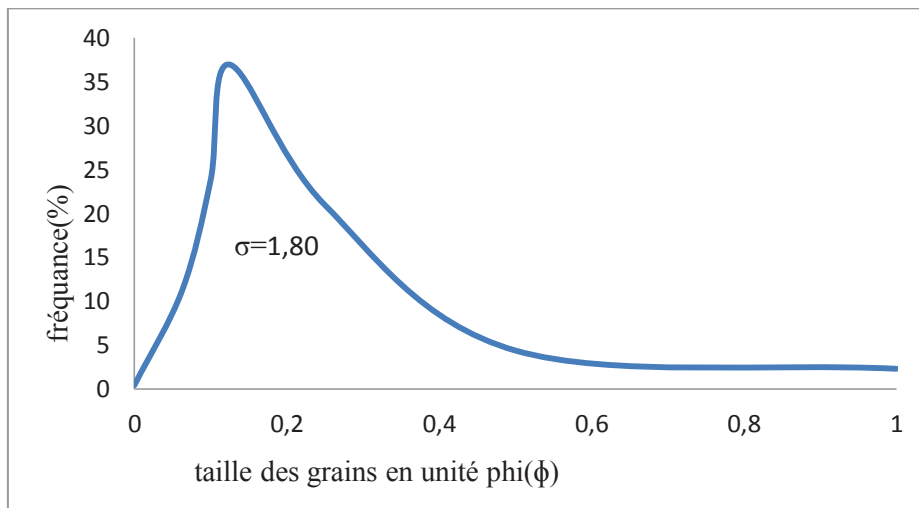
**Figure V.18 :** Courbe de fréquence du minerai de phosphate brut.



**Figure V.19:** Courbe de fréquence cumulative de l'échantillon calciné à 600°C.



**Figure V.20 :** Courbe de fréquence passant de l'échantillon calciné à 800°C.



**Figure V.21 :** Courbe de fréquence relative de l'échantillon calciné à 1000°C.

#### a) Méthode des percentiles

La courbe cumulative nous a permis de mettre en évidence une première série de paramètres, de laquelle tous les autres découlent. Ce sont les percentiles  $Q_x$ , points correspondants à des mailles de tamis hypothétiques sur lesquelles X % en poids du sédiment est de dimension plus grande (ou plus petite). Les valeurs d'abscisse 5, 16, 25, 50, 75, 84, 95 déterminées sont portées sur les tableaux (V.18, V.19) et sont utilisées pour calculer les différents paramètres caractéristiques de minéral de phosphate avant et après traitement thermique à 600°C, 800°C et à 1000°C qui sont rassemblés dans le tableau V.20



**Tableau V.18:** Méthode de percentiles du minerai de phosphate global.

percentiles	$\phi$	$d \text{ (mm)}=2^\phi$
$\phi 5$	3,65	0,08
$\phi 16$	3,22	0,12
$\phi 25$	3,16	0,11
$\phi 50$	2,6	0,16
$\phi 75$	1,86	0,28
$\phi 84$	1,5	0,35
$\phi 95$	0,55	0,68

**Tableau V.19 :** Les percentiles après traitement thermique à 600°C, 800°C et à 1000°C.

Percentiles	600°C		800°C		1000°C	
	$\phi$ (phi)	d (mm)	$\phi$ (phi)	d (mm)	$\phi$ (phi)	d (mm)
$\phi 5$	3,66	0,08	3,7	0,07	3,65	0,08
$\phi 16$	3,22	0,11	3,26	0,10	3,25	0,11
$\phi 25$	3,1	0,12	3,16	0,11	3,15	0,11
$\phi 50$	2,53	0,17	2,53	0,17	2,65	0,16
$\phi 75$	1,8	0,29	2,06	0,24	1,9	0,27
$\phi 84$	1,4	0,38	1,75	0,30	1,55	0,34
$\phi 95$	0,15	0,90	1	0,5	0,85	0,55

**Tableau V.20** : Résultats de calcul des paramètres caractéristiques de la granulométrie de minerai brut et pour les échantillons calcinés à 600°C, 800°C, et 1000°C)

Les paramètres granulométriques		T°amb	600°C	800°C	1000°C
<b>Les paramètres de position</b>					
<b>Médiane</b>	Me( $\phi$ )	2,6	2,53	2,53	2,65
<b>Mode</b>	Mo(mm)	0,125	0,125	0,125	0,125
<b>Moyenne</b>	M( $\phi$ )	2,44	2,38	2,51	2,48
<b>Ecart type</b>	$\sigma$ (mm)	1,82	1,88	1,69	1,80
<b>Les paramètres de dispersion</b>					
<b>Indice de trask</b>	So ( $\phi$ )	0,64	0,64	0,68	0,65
<b>Indice de krumbein</b>	Qd $\phi$ )	0,65	0,65	0,63	0,55
<b>Les paramètres de dissymétrie</b>					
<b>Indice de dissymétrie</b>	Sk	0,30	0,30	0,08	0,29
<b>L'indice de trask</b>	ast( $\phi$ )	1,13	1,12	0,90	1,19
<b>Indice d'inma (Centrale)</b>	a ( $\phi$ )	0,28	0,56	0,03	0,29
<b>Indice de krumbien</b>	Sk $\sigma$	-0,18	-0,08	0,08	-0,125

D'après ces résultats on remarque que :

La médiane varie légèrement avec la température, sa valeur qui est de l'ordre de 2,6  $\phi$  (0,16 mm) pour l'échantillon brut, de 2,53  $\phi$  (0,17 mm) à température 600°C et à 800°C et de 2,65 en unité phi ( $\phi$ ) à température 1000°C, correspond à la taille de 50% des grains. Principalement la même médiane nécessite l'évaluation de la dispersion des répartitions granulométriques.

Le mode qui est le diamètre le plus fréquent dans la distribution, correspondant au maximum de la courbe de fréquence de l'échantillon, ne varie pas avec la variation de

température. Sa valeur reste constante après et avant le traitement thermique, elle est de 0,125mm (3 en unité  $\phi$ ).

L'écart type a l'égerment varie et diminue à température 800°C (1,69), ce qui montre que les échantillons traités à différentes températures (600°C à 1000°C) sont bien trié par effet de la température.

Les paramètres de dissymétries (l'indice de trask, l'indice de Krumbien et l'indice de dissymétrie) montrent principalement qu'à 600°C et à 1000°C les fractions fines et mieux classées que les fractions grossières, l'indice de dissymétrie montre que l'asymétrie augmente vers les particules fines.

A 800°C les particules grossières est mieux classées que les particules fines.

### **Conclusion**

Le Traitement thermique a porté des modifications sur la granulométrie du minerai de phosphate principalement à 800°C et à 1000°C. Elles sont liées aux différentes réactions chimiques qui avaient lieu durant la calcination, à savoir la déshydratation, la destruction des matières organique et les carbonates qui est importantes dans les fractions grossières et fines ce qui est confirmé par les résultats des analyses chimiques réalisées.

Le changement des paramètres caractéristiques de la granulométrie de minerai de phosphate au fur et à mesure de l'élévation de température, montre qu'il y a une réduction de taille des particules. il y a lieu à une fissuration des particules due aux chocs thermique.

La réduction de dimension due au fait thermique se localise dans tel fraction (fraction inférieur à 0,0125 mm) et diminue dans d'autre fraction (fraction grossière).

Ces résultats sont démontrés par des analyses chimiques, le MEB et la DRX.

## Conclusion générale

Notre étude a porté sur l'influence de traitement thermique sur la granulométrie du minerai de phosphate beige de gisement Kef Es sennoun Djebel Onk(Tébessa).

Toutes les études chimiques ont été réalisées au laboratoire de SOMI PHOS (complexe minier de Djebel Onk), et les analyses minéralogique (DRX,MEB) au laboratoire de génie de procédé (université A. Mira de Bejaia).

L'ensemble des résultats obtenus a montré que :

Le traitement thermique a une grande influence sur les paramètres caractéristiques de la granulométrie, une différence appréciable sur la composition chimique, minéralogique de toutes les tranches granulométriques étudiés (fine, intermédiaire, grossière et global) :

Les analyses chimiques effectuées sur le minerai de phosphate avant le traitement thermique ont indiqué que la fraction la plus riche en anhydride phosphorique  $P_2O_5$  en comparant avec l'échantillon global est la fraction granulométrique intermédiaire, avec un % de  $P_2O_5$  28,89% et un %  $CO_2$  faible par rapport aux fractions grossière et fine ayant un %  $P_2O_5$  faible (20,17% et 22,40% ) et un %  $CO_2$  très important de 14,85% et 12,88% .Après le traitement thermique a été enregistrée, une évolution de la teneur en  $P_2O_5$  pour toutes les fractions granulométriques. Cela est dû à la libération des particules phosphatées après destruction des carbonates par effet thermique.

- Une diminution de % en  $CO_2$  a été obtenu par augmentation de la température ce qui est due au dégagement de dioxyde de carbone contenue dans les matières organiques détruites et les carbonates décomposés.

- Une légère variation de % MgO a été observée par augmentation de la température pour la fraction grossière, fine et intermédiaire (la présence modérée de la dolomite avec très peu de calcite et matières siliceuses).

Les différentes technique d'analyse minéralogique par (DRX,MEB) utilisées pour caractériser les divers échantillons étudiés ont permis d'aboutir aux résultats suivants :

- Une différence minéralogique des fractions grossière, intermédiaire et fine de minerai de phosphate avant traitement thermique. En effet, les raies caractéristiques des éléments phosphatés sont plus intenses dans la fraction intermédiaire que dans la fraction fines et grossière. En revanche, les éléments carbonatés (dolomite et

calcite) ainsi les éléments silicatés (quartz) est beaucoup plus prononcés dans les fines et la fraction grossière et moins importante dans la fraction intermédiaire.

- Plus la température est élevée plus les raies caractéristiques des éléments phosphatés est plus intenses dans les fractions intermédiaires, fines et grossières, contrairement aux éléments carbonatés qui sont moins intenses.

L'étude minéralogique par microscopie électronique à balayage (MEB) après traitement thermique à 800°C, 1000°C par la microscopie électronique à balayage a montré.

- la présence des éléments phosphatés dans la fraction granulométrique (FI, FF) des échantillons traités à 800°C, 1000°C, et une faible d'éléments silicatés (quartz) et des minéraux argileux des échantillons traités à 800, 1000°C.
  - Les fractions fine et grossières présentent une gangue dolomitique plus marqué que celle de la fraction intermédiaire, contrairement aux éléments phosphatés qui sont plus prononcé dans la fraction intermédiaire que dans la fraction grossière et fine.

Il ressort de l'étude granulométrique effectué sur le minerai de phosphate traité à différentes température (600°C, 800°C et 1000°C) les points suivants :

- Fissuration des particules due aux chocs thermique puis une réduction dimensionnelle au fur et à mesure de l'élévation de la température.
- Une granulométrie serrée uniforme (importance des fines)  $C_u < [2,5]$  et  $C_c < 1$ .
- Classement meilleur de côtés de particules grossières à température 600°C et 1000°C (dû à la ré- agglomération des particules fines) .
- Un classement meilleur de côté des particules fines à température 800°C.

[1] **AIT MERZEG Farid (2010)** : Valorisation des rejets de minerais de phosphate naturel de djebel onk par flottation inverse 2010.

[2] L. Benois, « Roche sédimentaire » Edition Dion, 1975.

[3] **N.MALEK née BENABDELSLAM (2007)** : Influence de la matière organique du phosphate noir de Djebel Onk sur le procédé de traitement. These de doctorat, université A. Mira Béjaia.

[4] **A.AKLIL, M.MOUFLIH, S.SEBTI (2004)**: Removal of heavy metal ions from water by using calcining phosphate as a new adsorbent journal of hazardous materials, A112, 183-190,(2004).

[5] **N.Barka, A.ASSABANE, A.NOUNAH, L.LAANABE, Y.AIT ICHOU** « Removal of textile dyes from aqueous solutions by natural phosphate as new adsorbent », science direct , desalination 235,264,-275,(2009).

[6] **FASSEKH Abed 'El Werth (2012)** : Analyse de plan de tir sur la granulométrie des roches abattues de Kef es Sennoun de Djebel Onk Ber Al Ater W. Tébessa. Mémoire Magister, group société des mines de phosphate SOMIPHOS spa complexe minier de Djebel Onk.

[7] **BEZZI A/NACER (2005)**: Gestion de la qualité et valorisation des minerais de phosphate de bled el Hadba, djebel Onk – Tébessa. Thèse doctorat université Ferhat Abbas – Sétif.

[8] **AZZOUZ RACHED Hamza(2014)** : La prédiction de la fragmentation des roches et correction des plans de tir, cas de la mine de Djebel Onk. Mémoire master, université Badji Mokhtar – Annaba.

[9] **A.HOCINI, L.HOUACINE (2013)** : Valorisation et comparaison des classes granulométriques de minerai de phosphate naturel de Djebel Onk par flottation inverse. Mémoire de fin d'études, Université de Bejaia.

[10] **KECHICHED RABAH (2011)** : Typologie géochimique et géostatistique du minerai de phosphate de gisement de bled EL Hadba-Dj-Onk (Algérie orientale).Mémoire magister, université d'Annaba.

[11] **BOUTERFIF. Leila(2011)** : Etude de la stabilité du bord nord-ouest du gisement de Kef-es Sennoun Djebel-Onk. Mémoire magister, centre d'études et de recherches appliquées au développement.

- [12] **N.MALEK née BENABDELSLAM (2007)** : Influence de la matière organique du phosphate noir de Djebel Onk sur le procédé de traitement. Thèse de doctorat, université A. Mira Bejaia.
- [13] **A.M.ABOUZEID (2008)** : Physical and thermal treatment of phosphate ores-An overview, Int.J. Miner. Process, 85 59-84.
- [14] **SAADOUNE Abderrahmane (2010)** : Caractérisation et enrichissement du minerai phosphaté de Djebel Onk (W. TEBESSA).Mémoire Magister, École Nationale Polytechnique Département de Génie Minier.
- [15] **N.BENABESLAM (2001)** : Influence de la composition chimique et minéralogique du phosphate noir de Djebel Onk (Tébessa) sur le procédé de traitement, thèse magister, université Abderrahmane mira de Bejaia.
- [16] **Fives-Cail (CEREP)**. APPLICATION de la calcination en suspension de traitement des minerais. Publication FCB, 20 décembre 1979.
- [17] **T.IKHLEF** : Production d'acide phosphorique à partir des produits marchands des phosphates de Djebel Onk. Thèse de magister, université Abderrahmane mira de Bejaia.
- [18] **L.SANDRINE(2003)** : synthèse et comportement thermique (stabilité et frittage) de phosphates de terre rares cériques ou yttriques, thèse de l'université de limoges.
- [19] **B.ROYER51990** « étude de l'influence de la composition de hydroxyapatite fritté sur ces propriétés mécaniques, thèse de l'INP de Grenoble.
- [20] **BOUDERIES.A(2008)** : étude géologiques et géostatique de l'uranium (U) dans le gisement de phosphate de Kef ES sennoun, (Algérie orientale).Mémoire magister, université d'Annaba, Algérie.
- [21] **J.RAMAROSON (2008)** : Calcination des sédiments de dragage contaminés : Etude des propriétés physico- chimiques, thèses de l'INSA de Lyon.
- [22] **I.BISUTTI, I.HILKE, J.SCHUMACHER, M.RAESSLER (2007)**: A novel single run dual temperature combustion method for the determination of organic, in-organic and total carbon in soil Talanta, 71521-528.industrie minérale
- [23] : Mémento des Mines et Carrières (Aide mémoire de l'exploitation).Edition 1995.
- [24] **M.HAMMOUCHE, S.IFFOUZAR (2003)**: Enrichissement des minerais de phosphate noir (Djemi-djema) et beige (bled et hedba) de la carrière de Djebel Onk par flottation, université A. Mira de Bejaia.
- [25] **LAKHAL Mokhtar (2009)** : Etude sur la chaîne de traitement de phosphate de Djebel Onk .Rapport de interne FERPHOS ; Tébessa.

[26] **B.Ayadi (2011)** : « caractérisation et choix d'un schéma de traitement de minerai cuivre-fer de Douamis (Ouenza) ».Thèse magistère, université d'Annaba.

[27] Fournier J., Bonnot-Courtois C., Paris R.,Voldoire O., Le Vot M.( 2012) :Analyses granulométriques, principes et méthodes. CNRS, Dinard, 99 p.

[28] **Mr DJERMOUNE Atmane (2009)** : caractérisation d'un carbure cimenté WC-Co

'élaboration par compression isostatique à chaud, étude de la réactivité de la gaine avec les poudres WC ET Co''. Magister en sciences des matériaux université de Bejaia.



## I. Principes des méthodes d'analyses utilisées

### I.1 Analyse chimique

Au labo chimie de DO l'attaque du phosphate naturel s'effectuera habituellement par l'attaque perchlorique ou à défaut par l'attaque nitro- chlorhydrique applicable aux méthodes spectrophotométriques et l'attaque sulfo nitrique applicable à la méthode gravimétrique du  $P_2O_5$ .

#### Attaque perchlorique

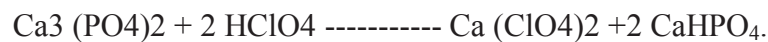
##### Principe :

Mise en solution à chaud des échantillons de phosphate naturel soit  $Ca_3(PO_4)_2$  par l'attaque à l'acide perchlorique  $HClO_4$  concentré. Réactifs : Acide perchlorique pur pour analyse  $D=1,62$  ; 70% en poids.

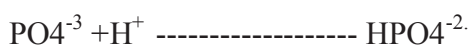
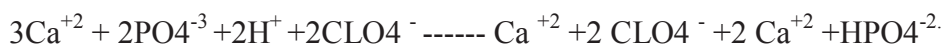
##### Mode opératoire

Peser 01gramme d'échantillon finement moulu ou non séché dans un Becher de 250 ml, verser quelque ml de  $H_2O$  distillée et ajouter 15 ml de l'acide perchlorique, laisser chauffer au bain de sable jusqu'à disparition de toute coloration blanche. Laisser refroidir transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml en rinçant soigneusement le Becher avec de l'eau distillée. Ajuster au trait de jauge. Homogénéiser filtrer sur filtre plissé, rejeter les premiers ml du filtrat et recueillir dans un flacon sec.

La réaction d'attaque pour le phosphate naturel est :



Réaction ionique est :



#### Dosage du $P_2O_5$ par la méthode spectrophotométrie automatique (Auto analyseur Technicon) NF U42-201

Système Auto analyseur Technicon est le dernier né d'une gamme complète d'instruments pour l'analyse chimique automatique en phase liquide. L'Auto analyseur met en œuvre les techniques les plus évoluées de la mécanique des fluides pour réaliser la mesure rapide et fiable des paramètres industriels les plus critiques, à des cadences de dosages pouvant atteindre 120 échantillons par heure. Les systèmes d'Auto analyseur ont une caractéristique commune : leur conception modulaire. Cette particularité permet de les adapter à tous les besoins analytiques spécifiques.

C'est en fait un remarquable outil de recherche doté d'une souplesse extraordinaire. Dans l'Auto analyseur, les réactions prennent place au sein de veines liquides à écoulement

continu, segmentées par des bulles d'air. Toutes les étapes de l'analyse sont automatiques, depuis l'aspiration de l'échantillon jusqu'à la mesure de la concentration de la substance dosée. L'enregistrement graphique des résultats et éventuellement, leur présentation par une imprimante digitale. Dans le système d'Auto analyseur, on dépose les échantillons dans des godets du distributeur. Une pompe proportionnant péristaltique fonctionnant en continu, assure leur prélèvement et les fait avancer ainsi que les étalons et les réactifs, dans le circuit analytique. La réaction de coloration prend place dans une bobine ou celle d'un bain-marie. Le colorimètre mesure la densité optique de la solution tandis que les résultats s'inscrivent en une série de pics sur la feuille d'enregistrement.

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

### **Principe**

Formation d'un complexe jaune entre les ions phosphoriques vanadiques, molybdiques ; détermination automatique à l'aide de l'auto analyseur Technicon.

### **Réactifs**

- Acide nitrique  $\text{HNO}_3$ ,  $D=1,38$  ; 65% en poids.
- Acide perchlorique  $\text{HClO}_4$   $D=1,61$  ; 70% en poids.
- Réactif vanado-molybdique

### **Préparation du réactif vanado-molybdique**

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

- Solution A : Préparer 2000ml d'une solution contenant un volume de  $\text{HNO}_3$  (1) et deux volumes d'eau distillée.
- Solution B : Dissoudre 5g de met vanadate d'ammonium  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  dans 500ml de l'eau distillée bouillante. Ajouter 40ml de  $\text{HNO}_3$  (1) et compléter à 2000ml avec de l'eau distillée et laisser refroidir.
- Solution C : Dissoudre 100g de molybdate d'ammonium  $\text{Mo}_7\text{O}_{24} (\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{O}$  Dans 1500ml de l'eau bouillante et compléter à 2000ml par l'eau distillée.

### **Réparation de la gamme d'étalonnage**

- Solution mère de concentration 10mg/ml en  $\text{P}_2\text{O}_5$  : Préparer la solution étalon mère à partir de  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  phosphate mono ammonique où phosphate mono potassique  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  sécher à  $105^\circ\text{C}$  pendant 2 heures. Peser 19,174g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  déjà séché et l'introduire dans une fiole jaugée de 1000ml avec l'eau distillée.

- Solutions étalons filles : à partir de la solution étalon mère préparer alors 7 solutions étalons filles de la façon suivante :

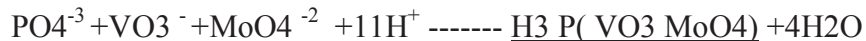
Dans une série de fioles de 500ml introduire les volumes de solution mère respectivement : 5-10-15-20-25-30 ml. Dans toutes les fioles ajouter 15ml de HClO<sub>4</sub> (2), compléter le volume au trait de jauge avec de l'eau distillée, homogénéiser. Elles correspondent selon l'attaque perchlorique à des teneurs en % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> suivants : 5-10-15-20-25-30-35%.

### Appareillage

- Matériel courant de laboratoire et notamment
- Fioles jaugées de class A
- Pipettes à un trait de class A
- Etuve réglée à 110°C±5°C
- Spectrophotomètre équipé d'un monochromateur réglé sur la longueur de 430nm

Faire passer les solutions étalons et les solutions analyses dans l'appareil et déterminer les concentrations en % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction des densités optiques pour une longueur d'onde à 430 nm.

Réaction de la formation du complexe phospho-vanado molybdique est



Le dosage du P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nous permet de savoir la teneur du phosphate Tricalcique qui est le TPL (triple phosphate of lime) soit :

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 \times 2.185 = \% \text{TPL}$$

$$2.185 = \text{Mm Ca}(\text{PO}_4)_2 / \text{Mm P}_2\text{O}_5 \quad / \quad \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \text{-----} \text{P}_2\text{O}_5 + 3 \text{CaO}.$$

### Dosage du Magnésium MgO

spectrométrie d'absorption atomique : dans le cas particulier de l'absorption atomique, on travaille sur des atomes libres à l'état fondamental ( $W_i = 0$ ): ces atomes peuvent absorber des photons et passer ainsi à leurs différents états excités peu nombreux à cause des règles de sélection qui interdisent le nombre total de combinaisons que l'on pourrait réaliser entre les états excités et l'état fondamental. Pour un atome, on peut donc faire de l'absorption sur les raies qui correspondent au passage état fondamental - états excités, mais avec une sensibilité différente liée aux divers coefficients d'Einstein pour chaque niveau excité. Ces raies sont appelées aussi raies de résonance, bien que l'on réserve quelquefois cette appellation à la plus sensible d'entre elles.

## Méthode par absorption atomique NF U44-145

### Principe

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

### Réactifs :

- Acide chlorhydrique concentré  $D=1,19$ . 37% en poids.
- Solution étalon mère de : 1g/litre de magnésium.
- Solution fille de : 100mg/litre en magnésium (50ml dans 500ml de solution)

Tampon spectrochimique au lanthane: Peser 58,64grammes de ( $La_2O_3$ ) et le dissoudre dans une fiole jaugée de 1 litre puis lentement et avec précaution, ajouter 250ml d'acide chlorhydrique concentré après dissolution ajuster et jauger avec de l'eau distillée.

Gamme d'étalonnage :

Dans une série des fioles de 100 ml ajouter successivement 1ml, 2ml, 4ml, 6ml de la solution fille puis 2ml d'oxyde de lanthane et 2 ml d'acide chlorhydrique dans chaque fiole ajuster aux traits de jauge avec de l'eau distillée. Ce volume correspond à : 0,5mg/l .1, 0mg/l .2, .mg/l. 3,0mg/l en magnésium. Appareil spectrométrie d'absorption atomique équipé d'un brûleur air-acétylène et d'une lampe à cathode creuse en magnésium pour une longueur d'onde de 285,2 nm pour ce dosage de magnésium.

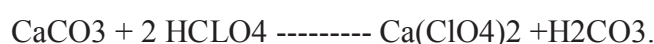
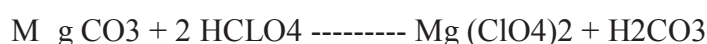
### Appareillage

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

### Mode opératoire

Prélever 5ml de la solution d'attaque perchlorique ou nitro-chlorhydrique dans une fiole jaugée de 100ml ajouter 2ml de lanthane et 2ml d'acide chlorhydrique concentré ajuster la fiole à 100ml et passer au spectrophotomètre d'absorption atomique .A partir de la gamme d'étalonnage et le blanc des réactifs tracer la courbe d'étalonnage en ordonné les absorbances et en abaisse les concentrations en mg/l de magnésium.

Réaction de l'attaque :



**- Calcul :**

$$\%MgO = C \times V_i \times 200 \times 100 / V_p \times E = C \times 3,316$$

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

V<sub>i</sub>= Volume de la solution d'attaque (500ml).

E= Prise d'essai en gramme (1g).

V<sub>p</sub>= Volume prélever pour l'essai (5ml).

**Dosage de l'anhydride carbonique CO<sub>2</sub> Par Calcimetre de BERNARD****Principe**

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

**Réactifs**

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

**Appareillage**

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

**Mode opératoire**

Peser une masse convenable d'échantillon broyé (en général 1g), et l'introduire dans la fiole poire sèche. Placer dans la fiole 10 à 12 billes de verre. D'autre part, dans des tubes hémolyse introduire 5ml de sulfate de cuivre. L'introduire le tube à hémolyse dans la fiole contenant l'échantillon, sans renverser le liquide. Incliner la fiole pour verser le contenu des tubes à hémolyse sur l'échantillon. Abaisser le réservoir pour maintenir le liquide à peu près au même niveau dans le tube mesureur et dans le réservoir. Agiter la fiole, sans interruption, jusqu'au moment où le niveau du liquide dans le tube mesureur ne varie plus.

Laisser refroidir sans agiter. Noter de 5 en 5 mn la température et le volume dégagé .lorsque la température est égale à la température initiale, noter le volume, en prenant soin d'amener le liquide au même niveau dans le réservoir et dans le tube mesureur.

### Calcul

- Utilisation de la table de calcul
- Coefficient de proportionnalité, calculé à partir de la température T°C et de la pression pmm-Hg à l'équilibre .les coefficients fsont indiqués dans le tableau (1).

V : volume gazeux dégagé, en millilitres.

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

$$m = 10 f v$$

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

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

La teneur en anhydride carbonique est :

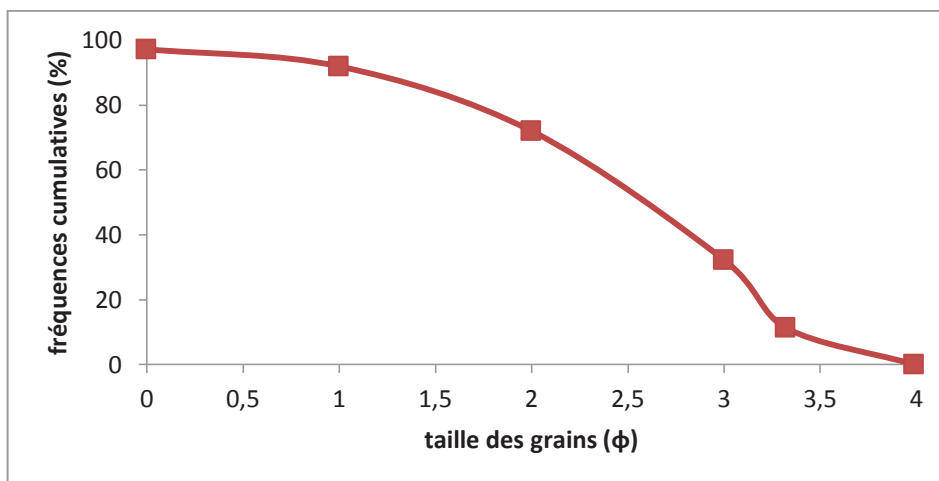
$$\%CO_2 = m/1000 \times 100/E = 0,1 \times m/E.$$

$$\%CO_2 = 0,1 \times m /E = f \times v/E$$

## II. Analyses granulométrique

**Tableau 1:** Résultats d'analyse granulométrique de minerai de phosphate brut.

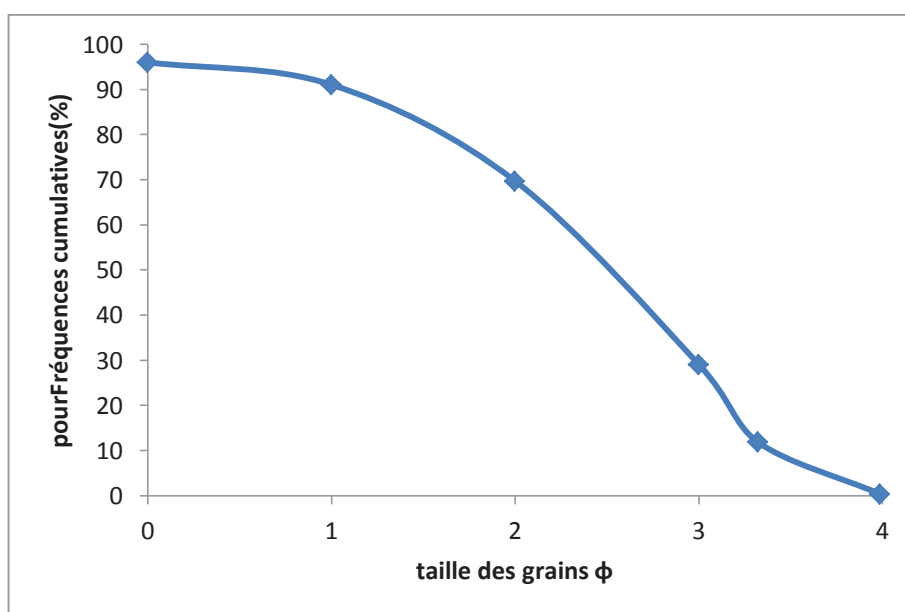
Taille (mm)	$\phi$ (unité Phi)	Masse (g)	Fréquences (%)	Fréquences cum retenu (%) (%)	Fréquence cum Passant(%)
1	0	8,1	2,765	2,765	97,23
0,5	1	15,5	5,29	8,06	91,94
0,25	2	58,41	19,94	27,99	72,005
0,125	3	116,38	39,73	67,72	32,28
0,1	3,32	61,3	20,93	88,65	11,35
0,063	3,99	33,02	11,27	99,92	0,079
0	0	0,23	0,079	100	0
total		292,94			



**Figure 1:** Courbe granulométrique de passant cumulé de minerai de phosphate brut.

**Tableau 2:** Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon traité à température 600°C.

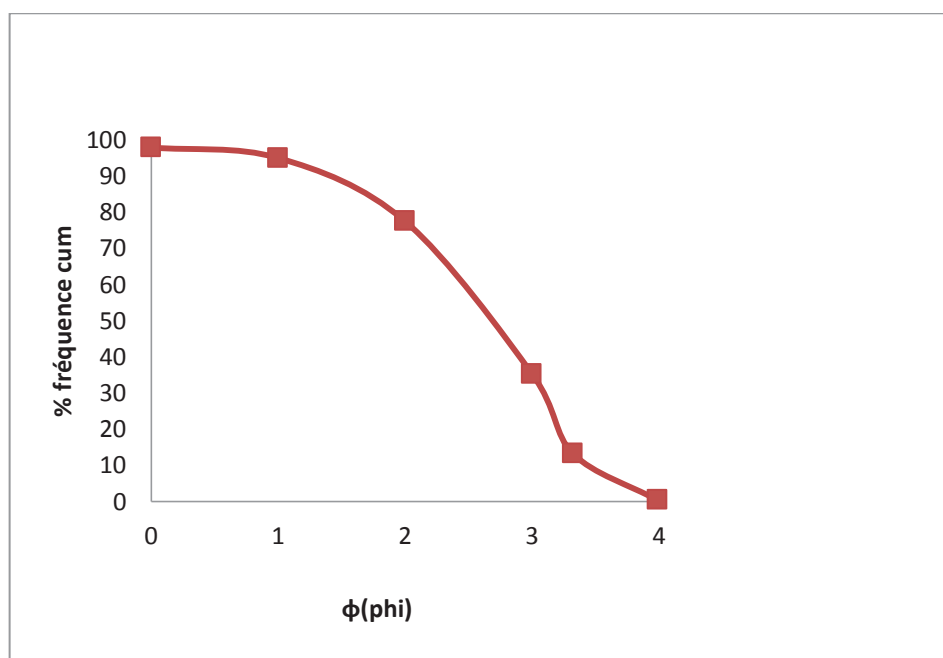
tamis	Unité phi (φ)	Masse(g)	rend pond(%)	passant cum(%)	Refus cum(%)
1	0	11,3	3,99	96,004	3,99
0,5	1	14,07	4,98	91,027	8,973
0,25	2	60,33	21,33	69,69	30,31
0,125	3	114,92	40,64	29,05	70,95
0,1	3,32	48,6	17,19	11,86	88,14
0,063	3,99	32,54	11,51	0,350	99,65
0	0	0,99	0,35	0	100
total		282,75	100		



**Figure 2 :** Courbe granulométrique de passant cumulé de l'échantillon calciné à 600°C

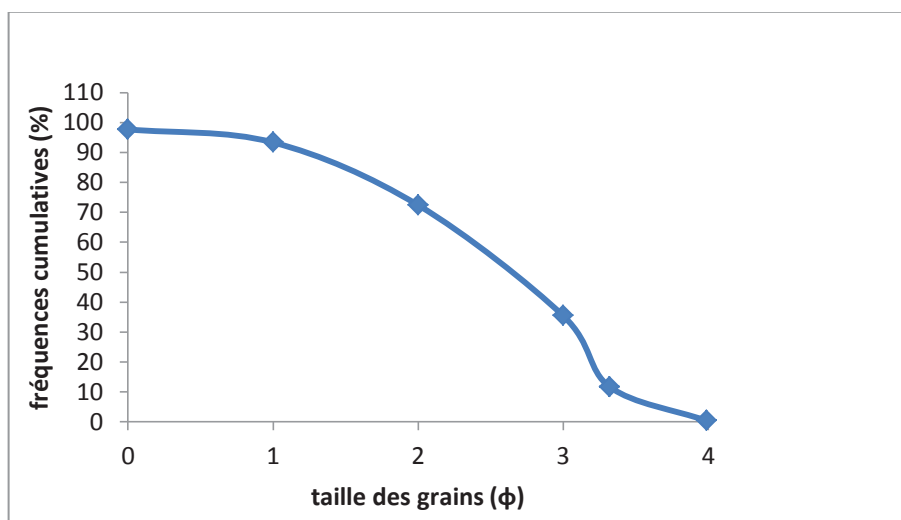
**Tableau 3:** Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon calciné à 800°C.

Taille (mm)	unité Phi ( $\Phi$ )	Masse (g)	Fréquence (%)	Fréquence cum retenu (%) Fcr	Fréquence cum passant (%)
1	0	5,2	2,071	2,071	97,93
0,5	1	7,28	2,89	4,97	95,03
0,25	2	43,98	17,52	22,49	77,51
0,125	3	105,98	42,21	64,69	35,303
0,1	3,32	55,3	22,025	86,72	13,28
0,063	3,99	32,32	12,87	99,59	0,41
0	0	1,02	0,41	100	0
totale		251,08	100		

**Figure 3 :** Courbe granulométrique de passant cumulé de l'échantillon calciné à 800°C**Tableau 4 :** Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon après traitement thermique à 1000°C.



Taille(mm)	unité Phi ( $\phi$ )	Masse (%)	Fréquence (%)	Fréquence cum retenu (%) Fcr	Fréquence cum passant Fcp (%)
1	0	4,9	2,28	97,72	2,28
0,5	1	9,36	4,36	93,35	6,65
0,25	2	44,92	20,94	72,41	27,59
0,125	3	79,25	36,94	35,47	64,53
0,1	3,32	51	23,77	11,69	88,3
0,063	3,99	24,22	11,29	0,41	99,59
0	0	0,87	0,41	0	100
total		214,52	100		



**Figure 4** : Courbe granulométrique de passant cumulé de l'échantillon calciné à 1000°C.

## Résumé

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

La méthode d'exploitation consiste à la réalisation d'une succession des travaux miniers afin d'assurer la découverte et l'extraction en quantité et en qualité, planifiées dans les meilleures conditions. Le minerai de phosphate au niveau de Djebel Onk subit deux étapes d'enrichissement pour devenir un concentré, la première par voie humide et la deuxième par voie sèche.

Dans ce mémoire, nous avons étudié la température de traitement thermique de phosphate beige de Kef Es Sennoun, notre objectif est d'optimiser l'influence de ce traitement sur les caractéristiques chimique, physique et minéralogique des différentes tranches granulométriques.

**Mots clés :** Phosphate, Kef Es Sennoun, traitement thermique, caractérisation, analyses physico-chimique.

## Summary

The phosphate of Djebel area Onk are part of a broad set of phosphate deposits formed in the Eocene Cretaceous period ended on Southern and South East Mediterranean. These concentrations of economic interest are operated near the city Bir el Ater (Tébessa) by the national company SOMIPHOS subsidiary FERPHOS group.

The mining method involves carrying out a succession of mining operations to ensure stripping and extraction in quantity and quality, planned in the best conditions. The phosphate ore at Jebel Onk undergoes two stages of enrichment to become a concentrate, the first wet and dry second.

In this paper, we studied the heat treatment temperature of beige phosphate Kef Essenoun our goal and optimize the impact of this treatment on the chemical characteristics, physical and mineralogical different size fractions.

**Keywords:** Phosphate, Kef Essenoun, heat treatment, characterization, physical-chemical analyzes