



Université Abderrahmane Mira de Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et géologie

Memoire de Fin d'Etudes

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

Option : Valorisation des Ressources Minérales

Présenté par

BELKADI Yasine et BRAHIMI Salem

Thème

***Modélisation de la fonction de broyage du
minerais de phosphate beige de Djebel
Onk(Tébessa)***

Soutenu le 30 / 06 /2016 devant le jury composé de:

Présidente : M^{me} SOUICI.Z

MCB Univ-Bejaia

Promotrice : Mme MALEK.N

MCB Univ-Bejaia

Examineurs : - M^r AYADEN.B

MAA Univ-Bejaia

- M^r AIT MERZEG. F

Doctorant univ- Bejaia

Année Universitaire: 2015-2016

remerciements

Nous remercions tout d'abord ALLAH tout puissant de nous avoir donné le courage, la patience et la volonté pour effectuer ce travail.

Le présent travail a été réalisé aux laboratoires city de complexe FERFOS (Tébessa).

On tient à remercier notre directrice de mémoire, madame MALEK nous avons eu le privilège d'apprécier vos qualités scientifiques et humaines, vos conseils et intérêts pour nos travaux nous ont encouragé et ont été pour nous d'une aide inestimable, ce travail est pour nous l'occasion de vous témoigner notre profonde gratitude.

Dédicace

Ce travail est dédié à :

Mes parents qui m'ont encouragé à suivre le combat des études, qui m'ont entouré d'amour et qui ont fait tout pour ma réussite, que Dieu les préserve.

A ma tante ma deuxième mère nana Tassadit

A mes très chère sœurs et frères.

A toute la famille BRAHIMI et à tous les habitants de mon village AIT YAHIA OUMMER (TERRHOUNENE)

Don oublie mon binôme YASINE, mes amis et amies

Salem

Dédicace

*Ce travail est dédié à toutes les personnes chères,
ma mère que dieu la préserve pour qui ce travail n'aurait
aucun sens sans elle, et mes sœurs qui m'ont toujours
poussés à aller de l'avant.*

*Sans oublier les autres personnes qui sont toutes aussi
importantes (Nassim , Said)*

*Sans oublier mes neveux (Ines, seifaddine, Anis et le
petit Rabah)*

Vous êtes tous la raison de cet effort, MERCI

B.Yasine

LISTE DES ABREVIATIONS

$b_{i,j}$: fonction de broyage

C_c : coefficient de courbure

c_d : pourcentage des particules de diamètre d

CPC : Compagnie de Phosphate de Constantine

C_u : coefficient de hazan

D_1 : diamètre initiale des particules (μm)

D_2 : diamètre finale des particules (μm)

d_i : diamètre moyen des classes granulométriques (mm)

D_i : diamètre de la plus grosse particule (mm)

$D_{\text{réf}}$: diamètre référence avant broyage

$d_{\text{réf}}$: diamètre référence après broyage

d_v : diamètre moyen en volume (mm)

d_{sv} : diamètre moyen en surface par volume (mm)

E : énergie (w/t)

e : exponentielle

g : gramme

k : coefficient de répartition de la minéralisation

K : constante de caractéristique du produit à broyer et l'appareil utilisé

K_g : kilogramme

K_m : kilomètre

K_r : constante de Rittinger

KWh/sht : kilo watt heure par short tonne

\ln : logarithme

M : masse de l'échantillon (g)

mm: millimètre

m_i :masse des particule (gramme)

min : minute

N : nombre de quartage

nd : non définie

Q_i : masse échantillon vérifiant à la loi de broyage de déchards (g)

R_R : Rapport de réduction

S1 : surface des particules avant broyage

S2 : surface des particules après broyage

SAA : spectrophotométrie d'adsorption atomique

SONAREM : Société nationale de la recherche et exploitation miniers

S_s : surface spécifique (m^2/m^3)

t : temps de broyage (mn)

t/h: tonne par heur

TPL: Triple Phosphate of Lime

V : volume du matériau m^3

W/t : watt par tonne

w :énergie de band (w/t)

w_i : work index (kwh/ t)

x : diamètre des particules (mm)

μm : micromètre

δm_i : la variation de masse des particules dans la classe i (gramme)

ΔS_s : variation de la surface spécifique

Listes des figures	
Listes des tableaux	
Listes des abréviations	
INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE I : GENERALITES SUR LE MINERAI DE DE PHOSPHATE NATUREL	
I.1. Introduction.....	3
I.2. Les gisements de phosphates.....	3
I.2.1. Les gisements de phosphates d'origine ignée.....	3
I.2.2. Les gisements de phosphate d'origine sédimentaire.....	4
I.3. Le phosphate dans le monde.....	4
I.3.1. Le phosphate Algérien.....	5
I.4. Historique du gisement de Djebel Onk.....	6
I.5. Situation géographique.....	7
I.6. Caractérisation du minerais de phosphate de Djebel Onk.....	9
I.6.1. les caractéristiques minéralogiques.....	9
I.6.2. les caractéristiques chimiques.....	9
I.6.3. Caractéristiques pétrographiques.....	9
I.7. Présentation des phosphates de Kef Es Sennoun.....	10
I.7.1. Composition lithologiques.....	11
I.8.Enrichissement des phosphates naturels.....	12
I.8.1.Principe de l'enrichissement des minerais de phosphate.....	12
I.8.2. Techniques de fragmentation.....	12
I.8.3 Technique d'enrichissement.....	13
I.8.3.1.Technique de débouillage.....	13
I.8.3.2.Techniques de séparation granulométriques.....	13
I.8.4. Technique de séchage.....	13
I.9. Procédés de traitement des phosphates de djebel Onk.....	13
I.9.1. Préparation mécanique.....	14

I.9.2. Traitement par voie humide	14
I.9.3. Traitement par voie sèche.....	15
I.10. Production de concentré marchands.....	17
I.11. Usage des phosphates.....	17
I.11.1. Agriculture.....	17
I.11.2. L'industrie chimique.....	18
I.11.3. Métallurgie.....	18
I.12. Conclusion.....	19

CHAPITRE II : MODELISATION DE LA FONCTION DE BROyage

II.1. Introduction.....	21
II.2. Éléments théoriques du broyage.....	21
II.2.1. Les lois énergétiques.....	21
II.2.1.1. La loi de Rittinger.....	22
II.2.1.2. La loi de kick.....	22
II.2.1.3. La loi de Bond.....	22
II.3. La granularité.....	23
II.4. La broyabilité.....	23
II.4.1. L'influence du broyage sur les propriétés physico-chimique (surface spécifique, densité).....	24
II.4.1.1. Evolution de la surface spécifique.....	24
II.4.1.2. Variation de la densité.....	25
II.5. Les réactions mécano-chimiques du broyage.....	25
II.5.1. Mécanisme des réactions mécano chimiques.....	26
II.5.1.1. Les conséquences physicochimiques du broyage.....	26
II.6. Modélisations du système de broyage.....	27
II.7. Approche cinétique (fonction de broyage et de sélection).....	28
II.7.1. Assimilation du broyage à une répétition d'opérations élémentaires de la fragmentation.....	28
II.7.2. Approches énergétiques (Relations énergie-réduction de taille).....	29
-Limitations de l'approche énergétique.....	29
II.8. Conclusion.....	30

CHAPITRE III : LES TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.1.Introduction.....	31
III.2.Préparation de la matière première et des échantillons.....	31
III.3. L'analyse Granulométrique.....	33
III.4.Broyage.....	33
III.5.Caractérisation des échantillons.....	34
III.5.1.Caractérisation granulométrique.....	34
a.Diamètres caractéristiques.....	34
b. Le rapport de réduction.....	34
c.Les coefficients caractéristiques.....	35
III.5.2.Energie consommée lors du broyage.....	35
III.6.Analyse chimique.....	36
III.7. fonction de broyage.....	36
III.7.1. principe de la fonction de broyage.....	36
III.7.2.La fonction de sélection (Si).....	37
III.8. conclusion.....	38

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Introduction.....	39
IV.2. Caractérisation granulométrique.....	39
IV.2.1.Analyse granulométrique.....	39
IV.2.2. Evolution des coefficients granulométriques (Cc, Cu) et le taux d'écrasement B ₁₀	41
IV.2.3. Evolution des paramètres de broyage.....	43
IV.3.Analyse chimique.....	46
IV.3.1.Evolution de la composition chimique.....	46
IV.3.2.Conclusion.....	48
IV.4. Etude cinétique de broyage.....	48
IV.4.1.La fonction de broyage bi,j.....	49
IV.4.2.Fonction de sélection.....	50
IV.4.3.La cinétique de broyage dmi/d.....	51
IV.4.4.Conclusion.....	56
Conclusion Général.....	58
Référence bibliographique	

LISTE DES FIGURES

Figure I.1. : Carte géographique de la wilaya de Tébéssa...	8
Figure I.2. : Schéma de la station du traitement de phosphate de Djebel Onk	16
Figure III.1 : Schéma de protocole expérimental de broyage.....	32
Figure III.2 : le broyeur à mortier RM 200.....	33
Figure IV.1 : Variation de % passant cumulatif en fonction du temps de broyage ($t_1=5\text{min}$, $t_2=10\text{ min}$, $t_3=15\text{min}$, $t_4=20\text{min}$, $t_5=25\text{min}$) par fraction granulométrique.....	40
Figure IV.2 : Variation du diamètre équivalent en volume (d_v) et en surface spécifique (d_{sv}) en fonction du temps du broyage.....	44
Figure IV.3 : Variation de la surface spécifique (S_s) en fonction du temps de broyage ...	45
Figures IV.4 : Variation de l'énergie consommée en fonction du temps de broyage.....	45
Figure IV.5 : Variation de la fonction de broyage en fonction du temps de broyage.....	49
Figure IV.6: Variation de la fonction de broyage en fonction du temps de broyage pour les fractions ($<0,08$ à $0,1$).....	50
Figure IV.7: Variation de la fonction de sélection en fonction du temps de broyage pour chaque fraction granulométrique	51
Figure IV.8 : Cinétique du broyage en fonction des ouvertures des tamis.....	52
Figure IV.9: La variation de la masse de la fraction $[0,8-1\text{mm}]$ en fonction du temps de broyage.....	52
Figure IV.10 : La variation de la masse de la fraction $[0,5-0,8\text{mm}]$ en fonction du temps de broyage.....	53
Figure IV.11: La variation de la masse de la fraction $+0,1-0,5\text{mm}$ en fonction du temps de broyage.....	53
Figure IV.12: La variation de la masse de la fraction $+0,08-0,1\text{mm}$ en fonction du temps de broyage.....	54
Figure IV.13: La variation de la masse de la fraction $-0,08\text{mm}$ en fonction du temps de broyage.....	54

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1: Ressources et production des phosphates dans les principaux pays du monde, 2015)	5
Tableau II.1 : Exemples de work index pour quelques minerais.....	24
Tableau II.2 : Evolution des paramètres influençant sur le broyage	29
Tableau. IV.1: Analyse granulométrique en fonction du temps de broyage.....	39
Tableau. IV.2: Equation de variation de % cumulatif passant par fraction granulométrique en fonction du temps	41
Tableau IV.3 : Coefficients granulométriques avant et après broyage en fonction du temps.....	42
Tableau.IV.4: Diamètres caractéristiques et surface spécifiques avant et après broyage en fonction du temps.....	43
Tableau IV.5 : Composition chimique de l'échantillon global en fonction du temps de broyage.....	46
Tableau IV .6: Variation de la teneur en P_2O_5 en fonction du temps de broyage par fraction granulométrique	46
Tableau IV.7 : Variation de la teneur en MgO en fonction du temps de broyage par fraction granulométrique.....	47
Tableau IV.8. Variation de la teneur en CO_2 en fonction du temps de broyage par fraction granulométrique	47
Tableau IV.9 : Equation de variation de $b_{i,j}$ en fonction du temps de broyage	49
Tableau IV.10 : Equation de la fonction de broyage en fonction du temps de broyage.....	50
Tableau IV.11 : Equation de la fonction de sélection en fonction du temps de broyage.....	51

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

Les phosphates naturels constituent une source de matière première absolument indispensable pour l'humanité, comme tenu de leurs applications potentielles dans de nombreux secteurs industriels : engrais, métallurgies, textiles, détergent, pharmacie, chimie et autres, un intérêt particulier est porté à leurs exploitation et leur valorisation.

Les importantes fluctuations du prix du pétrole durant ces dernières années font que l'industrie minière peut jouer un rôle primordial dans la stabilité économique du pays, étant donné que l'Algérie dispose de réserves importantes en phosphates, dont l'exploitation peut servir de locomotive pour l'industrie [2].

Les recherches actuelles dans le domaine de la minéralurgie des phosphates ont justement pour but de trouver des procédés d'enrichissement fiables et efficaces au stade industriel, en vue d'une exploitation rationnelle de ce matériaux, Le développement des méthodes expérimentales à l'échelle laboratoire, pilote et industriel permet de réaliser de nombreuses expériences venant en appui des travaux théoriques sur l'enrichissement du minerai de phosphate fait que l'amélioration est constante que ce soit pour le taux de récupération ou la diminution des pertes dans les rejets combiné à une diminution des coûts de production[13].

Le procédé le plus coûteux est la réduction de taille, qui occupent une place importante dans les opérations unitaires de la valorisation du minerai de phosphate, en effet la comminution intervient partout où des solides se présentent avec des dimensions trop importantes pour être utilisées directement l'industrie minière, notre travail est d'étudier ce phénomène [2]

L'objectif de notre travail est d'étudier l'influence du temps de broyage sur la distribution granulométrique dans le but de modéliser la fonction de broyage, le produit utilisé est le phosphate beige de Kef Es Ssnoun actuellement en exploitation la carrière de Djebel Onk, Tébessa Algérie

La réalisation de ce travail a nécessité l'utilisation de plusieurs opérations physico-chimiques qu'ainsi un broyage en fonction de temps, permettant de suivre les caractéristiques granulométrique et chimiques.

Notre travail est composé de quatre chapitres

- dans le premier chapitre, on a effectués une synthèse bibliographique sur les généralités du minerais de phosphate de djebel Onk, Tébessa, Algérie.
- dans le deuxième chapitre, nous présenterons une synthèse bibliographique sur la modélisation de la fonction de broyage.
- le troisième chapitre porte sur les différents protocoles et manipulation suivis pour réaliser notre étude.
- le dernier chapitre est consacré à la discussion des résultats

Et enfin, on termine par une conclusion générale.

Chapitre I

Généralités sur le mineral de phosphate naturel

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LE MINERAL DE DE PHOSPHATE NATUREL

I.1. Introduction

Le phosphore est un élément non métallique rencontré dans la nature sous forme de minéral de phosphate. Ce minéral provient essentiellement des roches ignées (magmatiques) et des roches sédimentaires.

L'Algérie se classe aujourd'hui parmi les grands producteurs de Phosphate au monde, ce phosphate ainsi exploité se trouve dans la partie Est du pays et plus précisément dans la région de Djebel Onk, wilaya de Tébessa.

Découvert au début du 20^{ème} siècle, le phosphate de la région de Djebel Onk présente des caractéristiques minéralogiques, pétrographiques, litho-stratigraphiques et tant d'autres paramètres que nous décrirons dans cette partie de notre travail.

I.2. Les gisements de phosphates

Les gisements de phosphates se répartissent en deux grands groupes suivant leurs origines géologiques ignée ou sédimentaire [1].

I.2.1. Les gisements de phosphates d'origine ignée

Ils contiennent jusqu'à 35% et 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.

Les apatites d'origine ignée se caractérisent en usine par une attaque acide qui comporte quelque difficulté. Si leur richesse élevée en P_2O_5 permet d'obtenir aisément du superphosphate (20% de P_2O_5) soluble dans l'eau ; leur inconvénient c'est qu'ils exigent des précautions de traitement et de mûrissement en cours de fabrication que les phosphates sédimentaires habituels ne réclament pas. [1]

I.2.2. Les gisements de phosphate d'origine sédimentaire

Ils fournissent plus de 85% de la production mondiale. La formation de ce gisement résulte de la précipitation des phosphates au fond des mers peu profondes. Ils sont très réponsus et se rencontre dans des étages géologiques très variés, mais tous les gisements recensés ne sont pas nécessairement exploitables. Leur situation géologique, les travaux à entreprendre pour extraire le minerai et les opérations que ce dernier doit subir pour devenir marchand limitent leur exploitation à un nombre restreint de gisement. [1]

I.3. Le phosphate dans le monde

Les réserves prouvées et probables de minerais de phosphates naturels connus dans le monde sont considérables. D'après l'inventaire du congrès géologique international de Madrid (1928), c'est plus de 1000 ans de vie que représentent les réserves connues [2].

Les concentrés marchands produits dans le monde sont essentiellement des phosphates de calcium, c'est-à-dire des phosphatines. Les phosphorites alumineuses exploitées uniquement au Sénégal ne représentant qu'environ 1,5 % de la production totale.

La production mondiale évaluée en millions de tonnes de concentrés marchands est d'environ 130 millions de tonnes par année. Le tableau I.1 montre l'évolution de la production mondiale de l'année 2015. La majeure partie de cette production (80 %) revient aux gisements sédimentaires. Celles des gisements magmatiques et des gisements issus des guanos représentent respectivement environ 17 et 3 %.

Les pays les plus producteurs de phosphate dans le monde sont le Maroc, les Etats-Unis d'Amérique, la Russie et la Chine. Ils représentent plus de 80 % de la production mondiale. Exprimées en millions de tonnes (Mt) de minerai en place, on s'accorde généralement à leur donner la répartition et les valeurs approximatives données dans le tableau I.1. [2]

Tableau I.1: Ressources et production des phosphates dans les principaux pays du monde, 2015)

Pays	Production (10 ⁶ kg)	Part mondiale (%)	Réserve mondiale (10 ⁶ kg)
 Chine	100 000	44,83	3 700 000
 Maroc et Sahara occidental	30 000	13,45	50 000 000
 États-Unis	27 600	12,37	1 100 000
 Russie	12 500	5,60	1 300 000
 Jordanie	7 500	3,36	1 300 000
 Brésil	6 700	3,00	315 000
 Égypte	5 500	2,47	1 250 000
 Pérou	4 000	1,79	820 000
 Tunisie	4 000	1,79	100 000
 Arabie saoudite	3 300	1,48	956 000
 Israël	3 300	1,48	130 000
 Viêt Nam	2 700	1,21	30 000
 Australie	2 600	1,17	1 030 000
 Afrique du Sud	2 200	0,99	1 500 000
 Mexique	1 700	0,76	30 000
 Kazakhstan	1 600	0,72	260 000
 Algérie	1 200	0,54	2 200 000
 Inde	1 100	0,49	65 000
 Sénégal	1 000	0,45	50 000
 Togo	1 000	0,45	30 000
 Syrie	750	0,34	1 800 000
 Irak	200	0,09	430 000
Autres pays	2 600	1,17	380 000

I.3.1. Le phosphate Algérien

L'Algérie recèle un potentiel de réserve important en phosphate. Les principales concentrations phosphatées du pays sont représentées par les deux grands domaines de sédimentation phosphatée, d'âge Eocène : les Monts du Hodna au Nord, et les Monts des Nememchas-Tébessa au Sud-Est algérien [2].

D'étendue modeste, l'ensemble phosphaté de Hodna regroupe les gisements de

Mzaita, Bordj-Redir et Maadid. Ces gisements présentent d'importantes variations de teneurs (12 à 23 % P_2O_5) et des réserves ne dépassant guère 10 millions de tonnes à Mzaita où le phosphate est particulièrement riche en silice (25 % SiO_2 en moyenne).

Les couches phosphatées de Bordj-Redir, qui atteignent 25 % P_2O_5 sur 2.5 mètres d'épaisseur, sont pénalisées par des teneurs anormalement élevées en fer et en alumine (près de 7 %).

Dans ces trois formations, les couches phosphatées contiennent des intercalations stériles qui compromettent leur exploitation.

Les gisements de Dyr, Kouif, et Djebel Onk constituent l'ensemble phosphaté des Monts des N elliptique synclinale dans l'axe, parallèle à celui de Dyr, se prolonge jusqu'en Tunisie. Les cinq couches exploitées, dont l'épaisseur atteint 3 mètres, présentent des teneurs voisines de 30 % P_2O_5 . Les réserves étant pratiquement épuisées, la baisse de rentabilité et les contraintes économiques ont conduit à l'arrêt de l'exploitation de memchas-Tébessa, lequel se présente en affleurements les plus étendus :

- Le gisement de Dyr, situé à une vingtaine de kilomètres au Nord-est de Tébessa, présente des teneurs importantes en P_2O_5 (jusqu'à 31 %) mais les réserves du gisement sont moins importantes.
- Le gisement de Kouif est situé à 23 kilomètres au Nord-Est de Tébessa et constitue une cuvette elliptique synclinale dans l'axe, parallèle à celui de Dyr, se prolonge jusqu'en Tunisie. Les cinq couches exploitées, dont l'épaisseur atteint 3 mètres, présentent des teneurs voisines de 30 % P_2O_5 . Les réserves étant pratiquement épuisées, la baisse de rentabilité et les contraintes économiques ont conduit à l'arrêt de l'exploitation et à la reconversion du site.

La formation de Djebel Onk constitue le plus important gisement de phosphate algérien, tant par ses réserves que par sa facilité d'accès et d'exploitation. [2]

I.4. Historique du gisement de Djebel Onk

Le Complexe de phosphate du Djebel Onk est situé au sud-est de l'Algérie, à 100 km au sud de la ville de Tébessa et à 20 km de la frontière tunisienne. Cette région constitue la limite géographique naturelle entre les hauts plateaux constantinois et le domaine saharien.

Les réserves en phosphate reconnues du bassin phosphaté de Djebel-Onk s'élèvent à plus de 2 milliards de tonnes. Nous présentons brièvement ci-dessous l'historique de l'exploitation du gisement de phosphate :

- 1894 : Exploitation du gisement du Kouif situé au Nord de la wilaya de Tébessa par la compagnie de phosphate de Constantine, CPC (Alors principal producteur de phosphate en Algérie) ;
- 1930 Amodiation du gisement du Djebel-Onk à la CPC ;
- 1930 Création de la Société du Djebel-Onk ;
- 1936 Découverte de phosphate aux affleurements de Djebel Onk dans la région de Bir El-Ater, Tébessa ;
- 1955 Début de la réalisation du raccordement de chemin de fer de Tébessa – Djebel-Onk ;
- 1961 Installation de la Société du Djebel-Onk ;
- 1965 Mise en activité de la carrière de phosphate de Djemi Djema ;
- 1973 Absorption de la Société du Djebel-Onk par la SONAREM ;
- 1983 Restructuration de la SONAREM et transfert de l'ensemble de ses activités de fer et de phosphate à FERPHOS ;
- 2003 Ouverture d'une nouvelle mine (Kef Es Snnoun).
- FERPHOS group achève l'année 2006, avec une production de plus de un million cinq cent mille (1 500 000) tonnes de phosphate. Ce record de production et d'exploration n'a jamais été égalé dans l'histoire du phosphate en Algérie. [5]

I.5. Situation géographique

Le district de Djebel Onk est situé à environ 100Km au Sud de la ville de Tébessa, l'extrémité orientale de l'atlas saharien sur la frontière Algéro-tunisienne. Il se présente sous forme d'un massif calcaireux de 20Km de longueur qui culmine à 1198m d'altitude au Djebel Tarfaya, les altitudes les plus basses au pied du Djebel Onk sont d'environ 635m [1].

Ce bassin minier renferme plusieurs indices et 5 gisements

- Gisement de Djebel Onk Nord ;

- Oued El Betita ;
- Gisement de Bled Hadba ;
- Gisement de Djemi-Djema
- Gisement de Kef Essen Noun

Ce dernier qui fait l'objet de notre étude est situé sur le flanc méridional de Djebel Onk, à environ 09Km au Sud-Ouest de la ville de Bir El-Ater. [4]

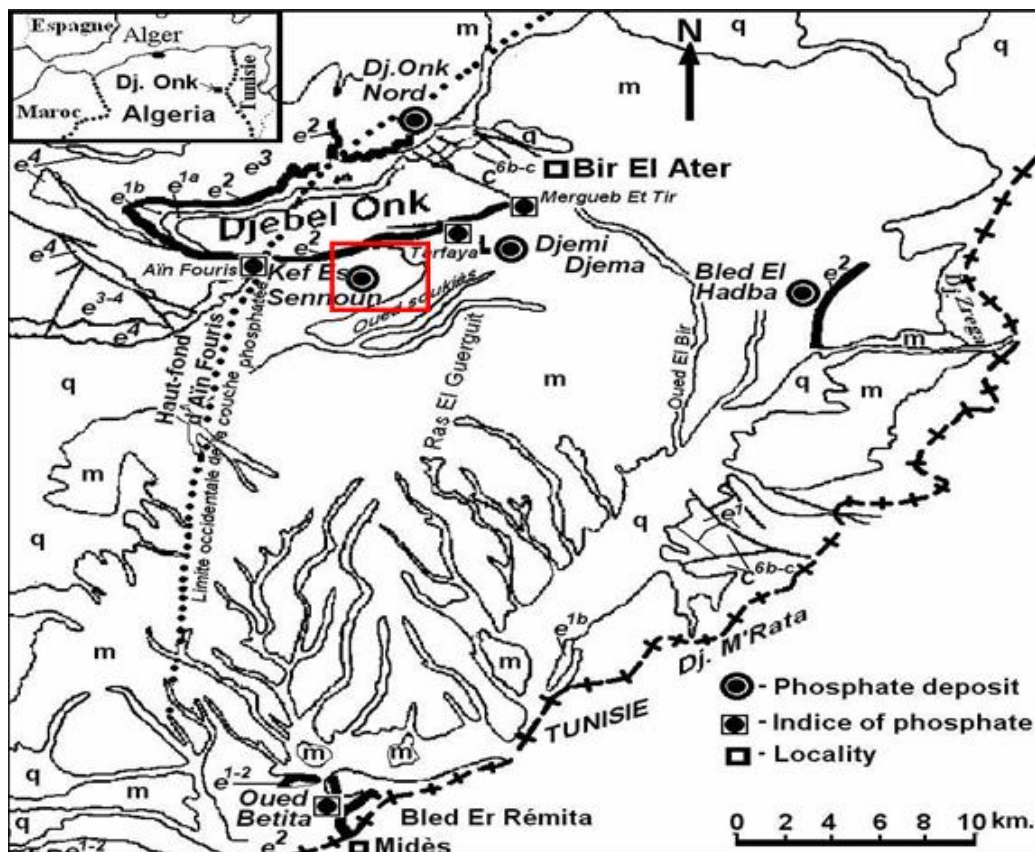


Figure I.1. : Carte de situation géographique des gisements de phosphates de la région de Djebel Onk. [4]

Le bassin de Djebel Onk se situe dans la zone des climats subdésertiques caractérisés par deux saisons très nettes ; un hiver froid et rigoureux et un été chaud où les températures peuvent dépasser 45°. Les précipitations sont peu abondantes, n'excédant pas en moyenne 300 mm/an. La végétation est pratiquement inexistante. En hiver, les chutes de neige se produisent régulièrement sur les sommets, les gelées sont nombreuses et les pluies sont souvent, brèves mais parfois leur forte intensité occasionne des crues très violentes. Le vent dominant est le Sirocco, vent sec et chaud dont l'effet de dessèchement au printemps peut être catastrophique sur les cultures. La population est peu dense. Sa situation

économique s'est améliorée grâce à l'installation du complexe minier à Bir El-Ater; ce qui a contribué l'agrandissement et au développement de la ville. [6]

I.6. Caractérisation du minerai de phosphate de Djebel Onk

I.6.1. les caractéristiques minéralogiques

Les études minéralogiques préliminaires à des essais d'enrichissement du minerai de Djebel Onk, ont montré que trois composants principaux constituent le tout-venant : des particules de phosphates apatitiques (82%), un exo gangue carbonatés dolomitiques (11.5%) et une exo gangue argilo siliceuse (5 à 6%).

En revanche, l'apatite des phosphates du Djebel Onk est une carbonate fluor apatite, une franco lite fortement substituée, avec un remplacement des ions PO_3^{2-} par des ions CO_3^{2-} et SO_4^{2-} de l'ordre de 26%, en outre une surface spécifique et une porosité importante (20m²/g et 15% environ) caractérise les particules de phosphates. [7]

I.6.2. les caractéristiques chimiques

La composition chimique des minerais de phosphates diffère d'un gisement à un autre. Le gisement de Djemi Djema est constitué de deux parties de composition chimique différentes, nettement différenciable dans la couche : la partie inférieure riche en P_2O_5 pauvre en MgO, et une supérieure riche en P_2O_5 , avec des teneurs élevées en MgO. [7]

I.6.3. Caractéristiques pétrographiques

D'après des études antérieures, le minerai de Djebel Onk Djemi Djema sont des phosphates en grain, sableux (pseudolithes en pellets), souvent à support organique (diatomées radiolaires principalement), dont la granulométrie appartient plus souvent à la classe des arénites (grains inférieurs à 2mm). Les facies sont homogènes, à grains fins et grossiers (jusqu'à 2 à 3mm). Ils sont pulvérulents à bien lithifiés et le ciment peut être argileux, calcique ou dolomitique, mis à part les grains de phosphates, les autres éléments figurés sont rares (grains de quartz et de la glauconie).

Les facies phosphatés ont une couleur généralement beige à brune, ils peuvent être gris à noir à la base de la couche, certaines teintes sombres, et l'existence de composés organiques attestent que la couche n'a pas subi d'altération météoriques importante et

qu'elle a été protégée des phénomènes d'oxydation, ce qui est responsable de la pigmentation des grains de phosphate.

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

- par épigénie de particules organiques (diatomées, radiolaires, coprolithes, micro pellets, particules Algaires)
- Par phosphorisation de particule non phosphatée locale de la gangue carbonatée
- par précipitation directe d'apatite dans le réseau inter cristallin [7].

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

I.7. Présentation des phosphates de Kef Es Sennoun

Le gisement de Kef Es Sennoun n'est situé qu'à 2 Km à l'ouest de la carrière de gisement de Djemi Djema. [08]

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

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

Le gisement de Kef Es Sennoun est caractérisé par :

- une zone nord dressant très accidentée
- un prolongement monoclinal des couches vers le sud sous un angle de pendage de (10-12°) au-delà des affleurements et une autre asexuée plonge les couches phosphatées qui sont plus profondes
- un minerai riche en P_2O_5 qui varie entre 25.05% et 27.94 % pour une moyenne de 26,53% et pauvre en MgO dont la teneur varie entre 1.3 et 3% pour une moyenne de 2.61%
- absence de sable
- accès facile vers les autres parties (extension et avancement) [9].

I.7.1. Composition lithologiques

La majeure partie du gisement est constituée par une couche unique de phosphate sombre gris noir, sans intercalaire carbonatés stériles, tout au plus quelque niveaux phosphatés plus dolomitiques. La partie inférieur est généralement plus fine que la partie supérieur, et peut en outre renfermer les lamines bitumineuses

Dans le détail, la couche est hétérogène et il existe de nombreuse variation verticales et latérales à l'intérieur des phosphates de granulométrie moyenne, à grossières qui s'organisent en mégalentielles, en fonction des conditions hydrothermales locales.

Vers le nord-est du gisement, apparait une couche de phosphate claire, brun-beige oxydée sus-jacent à la couche de phosphate noir. [08]

Les faciès phosphatés sombres, gris-noir de Kef Es Sennoun présentent par passes métriques, des caractéristiques chimiques assez constantes : teneurs élevée en P_2O_5 (26 à 30%) , faible en teneur de MgO, en règle générale moins de 2% à celle des minerais sombres de Djemi Djema ouest, les teneurs en fer sont constantes et faibles (1,2-1,4%), les teneurs en SiO_2 sont plus élevées que dans le minéral noir du gisement de Djemi Djema ouest en raison de la présence d'une matrice argileuse et d'une proportion plus importantes de grains de glauconies, elles varient entre 3 et 4,5% , les teneurs en carbones organique et SO_3 sont assez constantes : respectivement de 0,52 à 0,65% et de 2,85 à 3,25% , ces valeurs sont du même ordre de grandeurs déterminées pour le phosphate clairs, oxydés du gisement de Djemi Djema ouest, que l'on aurait eu tendance à considérer comme plus pauvre en matières organiques

Les caractères bien classé et bien trié des différents faciès de phospharénites tend à indiquer une organisation sédimentaire en méga lentilles, régi par l'hydrodynamisme du milieu marin Chimiquement, la couche productive est remarquable par ses bonnes teneurs en P_2O_5 et ses faibles teneurs en MgO, caractéristique qui se retrouvent d'ailleurs à l'échelle métrique aussi bien dans les phosphates sombres que dans les phosphates clairs, les teneurs moyennes en P_2O_5 , par sondage, oscillent entre 25 et 27,9% pour une moyenne générale de 26,53% les teneurs en MgO sont faibles et constantes sur pratiquement tout l'étendue du gisement, elles sont comprises entre 2 et 3% (moyenne 2,61 %). [8]

I.8. Enrichissement des phosphates naturels

I.8.1. Principe de l'enrichissement des minerais de phosphate

Pour être apte à leur utilisation en chimie, les minerais de phosphate doivent donc avoir certaines caractéristiques chimiques que les minerais bruts ne présentent pas souvent. Ils doivent donc subir un traitement d'enrichissement, qui consistera en utilisant les procédés les moins chers possibles, à libérer les constituants minéraux puis à séparer au maximum les impuretés par voie physique et ainsi concentrer les éléments phosphatés.

La séparation entre les éléments phosphatés et d'autres minéraux est parfois réalisable, en pratique, simplement par des coupures granulométriques sont suffisamment élevées.

Ainsi, pour des nombreux minerais du moyen orient, les éléments phosphatés se trouvent, pour l'essentiel, dans un intervalle granulométrique relativement étroit (par exemple 50 à 800 microns), ou les minéraux de gangue sont peu abondants, de nature quartzeuse, alumineuse, carbonatée ou argileuse, qui se concentrent dans les fractions plus fines ou plus grossières. [10]

I.8.2. Techniques de fragmentation

Elle consiste à réduire les dimensions des fragments de la roche exploitée afin de libérer les constituants minéralogiques. Elle est liée à des étapes successives utilisant différents appareils jusqu'à l'obtention de la dimension recherchée du produit :

a. Le concassage

Il consiste à réduire les dimensions des blocs de minerai jusqu'à une granulométrie de l'ordre de quelques centimètres ; c'est un processus sec, il se produit par écrasement et trituration des morceaux du minerai. On distingue trois stades de concassage :

- Concassage grossier de 400 à 150 mm
- Concassage intermédiaire de 150 à 20 mm
- Concassage fin de 20 à 10 mm

b. Le broyage

C'est une opération de réduction des morceaux concassés à une dimension plus fine (< 1 mm) afin de passer à des opérations d'enrichissement ultérieurs. Le broyeur est constitué d'une chambre de résolution qui contient le produit à fragmenter et des corps

broyant, la rotation provoque la fragmentation des particules par choc et cisaillement. Les broyeurs à impacts, les broyeurs à trissions suivis d'une séparation granulométrique permettent d'enrichir en P_2O_5 les fractions granulométriques moyennes les plus courantes (100– 1000 μm).

c. Le criblage

C'est une opération de classement dimensionnel des grains, qui s'effectue par leur présentation sur des surfaces perforées qui laissent passer les grains de dimensions inférieurs aux dimensions de la perforation, tandis que les grains de dimension supérieurs sont retenus et évacués séparément. [2]

I.8.3. Technique d'enrichissement

I.8.3.1. Technique de débouillage

Ces techniques correspondent à un lavage énergétique en log-washers et trommels débouilleurs pourvus de rampes inférieures d'adduction d'eau sous pression et permettent de se débarrasser des fines argileuses et d'avoir des éléments phosphatés bien nettoyés. [2]

I.8.3.2. Techniques de séparation granulométriques

À sec avec des sélecteurs à lames permettant des coupures entre 80 et 120 microns.

Soit en humide avec des appareils spécifiques tels le lavoflux permettant des coupures plus basses entre 30 et 100 microns, ou le séparateur Bathmos pour des coupures jusqu'à 250 microns. [2]

I.8.4. Technique de séchage

Ces techniques peuvent amener un enrichissement. On peut citer le séchage en four à lit fluidisé provoquant une attrition des grains et des mixtes minéralogiques, ou le séchage par transport pneumatique dans un fluide caloporteur. [2]

I.9. Procédés de traitement des phosphates de djebel Onk

L'entreprise FERPHOS exploite les gisements de phosphate de Djebel Onk (Kef ES Sennoun) dont l'extraction en carrière a commencé en 1965. L'exploitation est à ciel ouvert avec un rapport « épaisseur de la couche stériles/épaisseur de la couche

phosphatée » inférieur ou égal à 2, où chaque couche (stérile et phosphate) est exploitée en un seul gradin.

L'extraction obéit aux méthodes classiques d'exploitation des carrières ; l'abattage s'effectue sur la largeur des fronts de taille et sur l'épaisseur de la couche en une seule « Volée » pour permettre un début d'homogénéisation du produit brut.

L'unité de valorisation des phosphates de Djebel Onk située près de la ville de Bir El Atré traite le produit venant de la carrière. Les traitements consistent en un enrichissement du titre en TPL, soit par « calcination » ou voie humide, soit par « dépoussiérage » ou voie sèche.

Dans les deux cas, une préparation mécanique préalable est utilisée pour réduire la taille des grains et éliminer les fractions fines et grossières où se concentrent naturellement les matières indésirables (carbonates, silice, argiles, etc...).[2]

I.9.1. Préparation mécanique

Le minerai tout venant, provenant de la carrière avec une dimension d'environ 1000 à 1200 mm et une teneur d'environ 54% TPL, subit un traitement mécanique (concassage broyage, criblage) pour réduire ses dimensions à 15 mm, et un traitement physique pour aboutir à un produit marchand de 65 à 77 % en TPL [11]

I.9.2. Traitement par voie humide :

La chaîne de traitement par voie humide est composée de quatre ateliers : débourbage, calcination, lavage et séchage. [2]

- a. Le débourbage: c'est une opération de classification qui consiste essentiellement à éliminer la silice externe de l'exo gangue du minerai ainsi que les argiles.

Cette opération constituée des hydrocyclones, des essoreuses et des épaisseurs.

- b. La calcination: 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]

Cette méthode est abandonnée trop coûteuse et le produit marchand produit n'est plus demandé sur les marchés.

c. Le lavage : Le post-traitement par lavage vise essentiellement à éliminer la chaux et la magnésie libérée par la décomposition thermique des carbonates. Le brusque refroidissement du minerai calciné provoque également une désagrégation permettant la séparation des éléments non séparés après dissolution. Cet atelier se compose de batteries de bacs pulsés pour le lavage à contre-courant, de colonnes pulsées à plateaux pour le rinçage de séries d'hydrocyclones, d'épaississeurs et enfin d'essoreuses. Les difficultés que rencontre cette dernière étape viennent en grande partie de l'obligation d'utiliser des eaux recyclées souvent saturées, ce qui rend le traitement inefficace. [2]

d. Le séchage :

L'opération de séchage a pour but d'éliminer l'humidité. Le minerai calciné lavé sortant des essoreuses avec un taux d'humidité $< 16\%$ et une température de 20 à 25°C. [11]

I.9.3. Traitement par voie sèche

Le traitement du minerai de phosphate par voie sèche consiste en une combinaison de techniques de séchage – attrition - dépoussiérage en fours sécheurs à lit fluidisé (DORR-OLIVER), criblage à 2 mm, rejet de la fraction supérieure à 2 mm, broyage - attrition (broyeur à percussion DRAGON) de la fraction 0-2 mm, dépoussiérage par sélecteurs Raynaud à 100 μm et criblage final à 0,8 mm (cribles RHEWUM). Le concentré constitué de la fraction 0,8 mm-100 μm titre environ 29 % de P_2O_5 avec, en moyenne, 1,5 à 1,8 % MgO . [2]

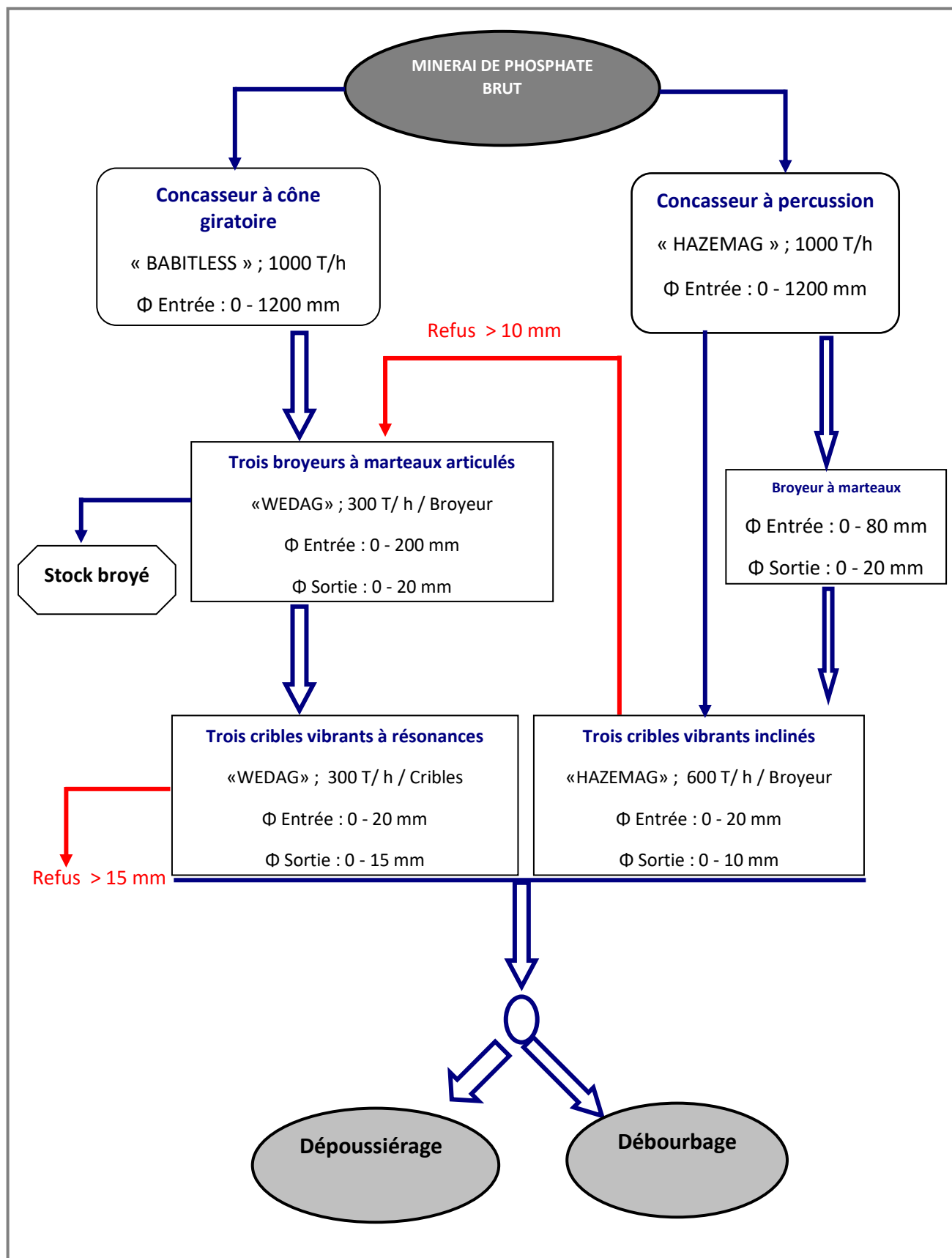


Figure I.2. Schéma du traitement de phosphate de Djebel Onk.

I.10. Production de concentré marchands

La production annuelle actuelle, d'environ 2,3 à 2,5 Mt de minerai titrant 25 à 26 %

P_2O_5 (54,5 à 56,7 TPL), alimente les installations de traitement et d'enrichissement de phosphate, produisant en moyenne 1,1 à 1,3 Mt de produits marchands par an. Quatre concentrés marchands sont actuellement produits par l'unité de production de Djebel Onk :

- concentré I: phosphate calciné - lavé titrant 75 - 77 % TPL (34,40 – 35,30 % P_2O_5), avec 0,8 % MgO) ;

- concentré II: phosphate dépoussiéré : 63 - 65 % TPL (28,9 – 29,80 % P_2O_5), avec 1,3 à 1,4 % MgO) ;

- concentré III: phosphate débourbé - séché : 66 - 68 % TPL (30,25 – 31,20 % P_2O_5), avec 0,74 % MgO) ;

- concentré IV: phosphate calciné : 69 - 72 % TPL (31,50 – 32,85 % P_2O_5).

La production annuelle des concentrés II et III (par voie sèche) est d'environ 1 Mt. Par contre celle du concentré I est de 400 000 à 500 000 de tonnes). Le concentré II alimente l'usine d'engrais d'Annaba, tandis que les autres concentrés sont exportés.

I.11. Usage des phosphates

L'utilisation des phosphates a été initialement associée au développement de l'agriculture qui est la plus grande consommatrice d'engrais phosphatés. En dehors du rôle fondamental du phosphore dans la production agricole, les 15% des phosphates d'usage non agricole sont utilisés dans la métallurgie (alliage), l'industrie chimique (pesticides, détergents), pétrolière (lubrifiant), alimentaire et pharmaceutique. [4]

I.11.1. Agriculture

Le phosphore (P) est un élément qui est largement distribué dans la nature. Il est considéré, avec l'azote (N) et le potassium (K), comme un constituant fondamental de la vie des plantes et des animaux. Le phosphore a un rôle dans une série de fonctions du métabolisme de la plante et il est l'un des éléments nutritifs essentiels nécessaires pour la croissance et le développement des végétaux. Il a des fonctions à caractère structural dans des macromolécules telles que les acides nucléiques et des fonctions de transfert d'énergie dans des voies métaboliques de biosynthèse et de dégradation.

Des plantes déficientes en phosphore montrent un retard de croissance (réduction de la croissance des cellules et des feuilles, de la respiration et de la photosynthèse), et

souvent une couleur vert foncé (concentration plus élevée en chlorophylle) et une coloration rougeâtre (augmentation de la production d'anthocyanes).

Un sol trop pauvre en phosphore nécessite un apport artificiel sous forme d'engrais phosphatés.

I.11.2. L'industrie chimique

a. acide phosphorique

L'acide phosphorique est très utilisé en laboratoire, car il résiste à l'oxydation, à la réduction et à l'évaporation et est employé dans les boissons non alcoolisées comme régulateur de pH (E338), principalement dans les sodas au cola .

b. Détergence

L'acide phosphorique purifié ainsi que les phosphates sont des composants essentiels des produits de nettoyage industriel. En détergence ménagère, les formules avec phosphates offrent également certains avantages en comparaison avec les «formules alternatives». Les principales propriétés de ces «builders» sont : les pouvoirs complexant (adoucissant), dispersant, émulsifiant et tampon, la synergie avec les tensioactifs, ainsi que l'apport d'alcalinité.

c. Traitement de l'eau

L'utilisation de phosphates permet de prévenir le dépôt de calcaire, de contrôler les phénomènes d'eaux rouges et d'eaux noires, ou encore de réduire les risques de corrosion des conduites d'alimentation des eaux. D'autre part, certains phosphates ainsi que l'acide phosphorique purifié participent à l'épuration biologique des eaux industrielles et des eaux usées. Les produits fluorés participent également à l'amélioration de la qualité des eaux publiques dans de nombreux pays.

I.11.3. Métallurgie

Utilisé dans traitement des métaux les phosphates participent notamment au processus de phosphatation des surfaces métalliques.

Cette opération permet de réduire les risques de corrosion des métaux et de favoriser l'adhérence de la peinture à la surface ainsi traitée. D'autre part, ces divers produits sont également employés pour le nettoyage des surfaces métalliques et la fabrication de tôles

magnétiques. Enfin, l'acide phosphorique purifié et les dérivés fluorés sont utilisés dans l'industrie de l'aluminium.

I.11.4. Applications diverses

- Céramiques, émaux et réfractaires
- Porcelaine
- Papier
- Retardateurs de flamme
- Peintures
- Fibre de verre
- Verre
- Antigél
- Bio fuels (biodiesel & bioéthanol)
- Levure et fermentation
- Textiles
- Raffinage du sucre et des huiles végétales
- Autres applications (pigments, applications pharmaceutiques, applications alimentaires diverses)

I.12. Conclusion

Le phosphate Algérien est parmi les ressources minières nationales les plus exploitées avec le minerai de fer, il est considéré comme une source importante de devise d'une part et comme un élément capital du secteur minier d'autre part.

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

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

Le rendement total de la production varie entre 50 et 55% ce qui montre qu'il y a une grande perte, en général les refus générés par le complexe de traitement du minerai de phosphate du complexe Ferphos, contiennent une teneur considérable en P_2O_5 comprise entre 22,5 - 23,5 % [12] ils sont considérés comme une nouvelle source de phosphate à valoriser.

Chapitre II

Modélisation de la fonction de broyage

CHAPITRE II : MODELISATION DE LA FONCTION DE BROYAGE

II.1.Introduction

Le broyage est l'étape du traitement de minerai qui prépare la matière première pour l'extraction des minéraux ou métaux de valeur. Il est très énergivore en plus d'être responsable d'un coût important associé à la consommation des corps broyant chargés dans le broyeur. La tâche du métallurgiste est souvent définie par un objectif de maximisation des revenus de production et de minimisation des coûts de production. Son travail porte par conséquent sur l'évaluation de stratégies pour augmenter la capacité des circuits, ou de conditions opératoires qui permettent de maintenir un niveau de production constant en réduisant la consommation énergétique ou la consommation de corps broyant et de revêtements internes du broyeur.[2]

Le broyage consiste à fragmenter des minerais de différentes tailles pour produire des particules de tailles plus petites. Celles-ci se classent par grandeur normalisée. Ce mécanisme de fragmentation provoque des transformations discrètes dans la charge massiquemenant à la croissance de l'agglomérat sans augmentation de la masse totale du système. Le souci d'assurer la rentabilité de la production à moindre coût, et de garantir une production granulométrique des minerais pouvant maximiser l'extraction des métaux précieux de la gangue, quelle que soit la technologie de broyage (humide ou sèche, continu ou discontinu), exige une connaissance accrue du phénomène de broyage.et nous pousse à développer des solutions. Certaines recherches ont prouvées que la complexité et la diversité des mécanismes de broyage rendent l'étude du système très ardue et ont conduit à de nombreuses approches de modélisation.

II.2. Éléments théoriques du broyage

II.2.1. Les lois énergétiques

Trois principales théories ont été émises pour décrire la relation liant l'énergie consommée (E) par le matériau et la réduction de la dimension (D) de matériau lors de la fragmentation. Jusqu'à présent les hypothèses avancées pour élaborer cette relation ne sont pas rigoureusement prouvées et qu'on le sait toujours pas mesurer la quantité

d'énergie réellement absorbée par les particules au cours de leur fragmentation. On peut mesurer que l'énergie totale consommée par l'appareil de fragmentation

II.2.1.1. La loi de Rittinger

Von Rittinger postule que l'énergie consommée E est directement proportionnelle à la quantité de surface nouvellement créée, il écrit alors la relation $E = K_r (S_2 - S_1)$

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

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

$$E' = E/V = K_r (S_1/V - S_2/V) \dots \dots \dots (1)$$

$$E' = K_r (1/D_2 - 1/D_1) \dots \dots \dots (2)$$

Avec D_1 et D_2 dimension initiale et finale des particules

V : volume du matériau

II.2.1.2. La loi de kick

Pour Kick, l'énergie nécessaire pour fragmenter un matériau homogène est proportionnel à la variation du volume,

Cette deuxième loi de la fragmentation s'écrit alors

$$dE = -K_k dV \dots \dots \dots (3)$$

$$dE' = -K_k dV/V = -K_k \frac{dD}{D} \dots \dots \dots (4)$$

Et on obtient après intégration :

$$E' = K_k \ln \left(\frac{D_1}{D_2} \right) \dots \dots \dots (5)$$

II.2.1.3. La loi de Bond

Comme aucune des deux lois précédente ne s'accordait bien avec l'ensemble des résultats observés lors des opérations de fragmentation industrielle, Bond a proposé en analysant une multitude de résultats expérimentaux, une troisième loi qui postule que l'énergie spécifique requise est inversement proportionnelle à la racine carré de la nouvelle surface produite, cette loi se veut un compromis entre celle de Rittinger et de Kick, la forme générale de la loi de bond s'écrit [13]

$$W = W_i \left(\sqrt{\frac{100}{D_2}} - \sqrt{\frac{100}{D_1}} \right) \dots \dots \dots (6)$$

$$W=10W_i \left(\sqrt{\frac{1}{D_2}} - \sqrt{\frac{1}{D_1}} \right) \dots \dots \dots (7)$$

W : Energie de bond (kw/ t)

W_i : Work index (kwh/t)

II.3.La granularité

La granularité est une notion qui englobe la forme et la dimension des particules. La forme des particules est un paramètre important qui conditionne souvent l'utilisation finale des produits obtenus. La morphologie des particules peut être définie par une série de termes, définis par le Glossary of terms relating to powders: forme aciculaire, angulaire, cristalline ...

A ces définitions descriptives sont rattachées des définitions mathématiques : les indices d'élongation, les facteurs de forme, les facteurs d'épaisseur, les nombres d'angularité, qui font appel à l'analyse d'images. [14]

II.4.La broyabilité

La broyabilité d'un matériau peut être définie comme la réaction de ce matériau à l'opération de broyage, conditionnée par les caractéristiques de l'installation de broyage. L'analyse de cette propriété peut s'effectuer de façon qualitative ou de façon quantitative :

-l'aspect qualitatif de l'aptitude au broyage se traduit par un classement des produits selon leur dureté, la dimension des grains, l'abrasivité, l'adhésivité.

-L'aspect quantitatif permet d'affecter au produit un indice obtenu après expérimentation, et de le classer par rapport à d'autres échantillons [15]

On rencontre:

- L'indice de Bond (Work Index):

Il correspond au travail nécessaire pour réduire des particules de dimension moyenne, théoriquement infinie, jusqu'à l'obtention de 80% de passants à une ouverture de 100 microns. Comme il a été évoqué précédemment, cet indice a connu un vif succès dans l'industrie. A titre d'exemple quelques valeurs sont regroupées dans le tableau ci-dessous: [14]

Tableau II.1: Exemples de work index pour quelques minerais

mineraï	Gypse	Dolomie	Calcaire	charbon	graphite
Wi(kWh/sht)	4,73	11,27	12,54	13,00	43,56

II.4.1.L'influence du broyage sur les propriétés physico-chimique (surface spécifique, densité)

Le but essentiel du broyage est de diviser des solides et de réduire la granulométrie des produits étudiés. D'après de nombreux auteurs, cette opération ne se fait pas sans modifier certaines propriétés physicochimiques du matériau. De nombreux travaux ont été menés pour mieux connaître les changements qui ont lieu, on peut scinder l'ensemble de ces travaux en deux groupes : le premier s'intéresse aux modifications physicochimiques du matériau, le deuxième regroupe les travaux menés sur les réactions mécano-chimiques et les transformations générées par le broyage.

II.4.1.1.Evolution de la surface spécifique

Le mode de broyage, humide ou sec, a une grande importance sur l'évolution de la surface spécifique. D'une manière générale on remarque que la surface tend le plus souvent vers un maximum.

Lors d'un broyage prolongé (plusieurs heures) sur les minéraux présentant une dureté comparable à celles des phosphates, on a observé que la surface spécifique mesurée augmentait jusqu'à une même valeur limite et quel que soit la substance étudiée [16]

L'augmentation de la surface spécifique est liée également à la différence de broyabilité entre les phases qui composent le produit broyé, les composants les plus durs ont tendance à broyer les plus friables par les chocs lorsqu'ils entrent en contact lors du broyage [17]

Ce phénomène est suivi d'une réaggrégation de petites cristallites après quelque heure de broyage et entraîne une diminution de la valeur de la surface. Ceci s'explique par le phénomène de réaggrégation et les phénomènes de d'adsorption de surface.

Des essais réalisés sur de la dolomie ont montré une décroissance de la surface spécifique en fonction du temps de broyage, qui a été corrélée avec une augmentation du phénomène d'agglomération, vérifié par microscopie.

Lors du broyage de quartz, de calcite et de magnésite, a montré que le broyage en milieu aqueux entraînait une augmentation de la surface spécifique du produit, à cause d'une limitation de l'agglomération. Le phénomène d'agglomération apparaissant lors du broyage par voie sèche peut être limité en poursuivant le broyage par un cycle humide entraînant ainsi une augmentation de la surface spécifique. [18]

La surface spécifique résulte de l'interprétation des produits obtenus après broyage par une méthode de tamisage, qui nous permet de calculer la surface spécifique suivant les équations ci-dessous :

$$S_s = 6/D_{sv} \dots \dots \dots (12)$$

D_{sv} : Un diamètre de surface est donné comme étant le diamètre d'une sphère ayant la même surface (mm)

$$D_{sv} = \frac{\sum_{i=0}^n m_i}{\sum_{i=0}^n m_i/d_i} \dots \dots \dots (13)$$

m_i : Masse de chaque refus de classe i (g)

d_i : Diamètre de chaque classe i (mm)

II.4.1.2. Variation de la densité

Comme pour la surface spécifique, le broyage prolongé peut se traduire par une diminution de la densité. Des travaux réalisés par Lin [19] sur le quartz montrent que l'on observe une diminution de la densité attribuée à une amorphisation, alors que les broyats obtenus dans l'eau sont plus cristallisés. Cette dernière observation a été expliquée par une dissolution de la partie amorphe dans l'eau. Les diverses variations ont été attribuées également à l'adsorption de molécules gazeuses par les surfaces fraîchement créées ou bien à une introduction de défauts dans le réseau. [14]

II.5. Les réactions mécano-chimiques du broyage

Si le broyage entraîne une évolution des propriétés physicochimiques, il peut également, lors d'essais prolongés permettre la réalisation de réactions chimiques, dont l'importance dans de nombreux processus n'est pas négligeable.

II.5.1. Mécanisme des réactions mécano chimiques

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

- Libération de chaleur : elle apparaît sous forme de dissipation de l'énergie mécanique. Les températures atteintes ponctuellement peuvent atteindre des valeurs élevées (1000°C) et même approcher du point de fusion.
- Apparition de hautes pressions : l'élévation de température est souvent accompagnée par une augmentation forte de la pression, ce qui favorise les phénomènes d'écrouissage.
- Production de charges électriques : le frottement entre deux solides donne lieu à une production de charges électriques, liées à la présence de défauts structuraux en surface et à la formation de lacunes. Elles peuvent apparaître également lors de cassures de liaisons ou lors de l'ouverture de nouvelles surfaces.
- Triboémission : c'est une émission d'électrons ou de particules chargées qui est provoquée lors du broyage ou après celui-ci par activation chimique.
- Triboluminescence : ce terme regroupe tous les phénomènes lumineux produits lors de la friction, la fracture ou la compression des matériaux par broyage, sans intervention d'un champ électrique ou de rayonnements extérieurs. [14]

II.5.1.1. Les conséquences physicochimiques du broyage

Les phénomènes mécano-chimiques qui apparaissent au cours du broyage sont décrits comme jouant un grand rôle sur de nombreuses propriétés:

- accélération des procédés de dissolution,
- augmentation des vitesses de décomposition et de synthèse,
- activation des catalyseurs,
- obtention de composés avec de nouvelles propriétés, séparation d'éléments ayant les mêmes propriétés,
- optimisation des processus existants. [14]

II.6. Modélisations du système de broyage

Les nombreux travaux fait sur la modélisation et la simulation du broyage montre qu'il existe une connaissance suffisante pour prédire la courbe granulométrique d'un produit de broyage à partir de l'alimentation au circuit en utilisant des modèles calibrés du broyeur à boulets et de l'hydrocyclone de ce circuit. , l'objectif de la modélisation d'un circuit de broyage classification comme étant la recherche d'une relation de cause à effet entre les variables d'opération. De conception et de performance du système de broyage. Ils présentent dans le tableau II.2 une liste des principales variables dont il faut tenir compte dans un travail de simulation. Austin et al. (1984) décrivent la simulation d'un procédé physique comme la mise en œuvre d'un modèle mathématique qui a un comportement identique au vrai procédé.

La simulation d'une opération unitaire peut être phénoménologique ou empirique selon que le comportement d'une variable est explicable par les lois physiques et chimiques du phénomène en cours, ou simplement par une équation quelconque qui représente une ou plusieurs observations.

L'avantage de la modélisation phénoménologique réside dans le fait que le domaine de validité est plus étendu que celui d'un modèle empirique limité au domaine d'évaluation de ses paramètres.

Le travail de modélisation et simulation phénoménologique d'une opération unitaire quelconque, comprend trois étapes :

- 1) Établir le bilan de matière, d'énergie et de quantité de mouvement.
- 2) Trouver une solution aux équations de bilan pour la variable à simuler.
- 3) Calibrer et valider les modèles par des expérimentations.

Tableau II.2 : Evolution des paramètres influencent sur le broyage

Dimensions du broyeur	La longueur effective de travail intérieur Le diamètre intérieur moyen Le design de la décharge
Configuration du circuit	Un seul broyeur Broyeurs en séries Broyeurs en parallèle
Vitesse du broyeur	Nombre de tours par minute. Pourcentage de la vitesse critique.
Conception du revêtement	Épaisseur moyenne Hauteur, forme et séparation des releveurs. Usure Matériau
Alimentation	Distribution granulométrique

II.7.Approche cinétique (fonction de broyage et de sélection)

II.7.1.Assimilation du broyage à une répétition d'opérations élémentaires de la fragmentation

Cette façon d'étudier l'évolution de la distribution granulométrique a été introduite par BROADBENT et CALLCOTT (1956). Le lot étudié est divisé en tranches granulométriques (x_{i-1} , x_i) dont les poids relatifs avant et après une opération élémentaire de broyage (appelée étage de broyage) sont respectivement E_i et S_i

Ces auteurs définissent les deux fonctions suivantes :

- $q(x)$ la probabilité pour un grain d'être broyé lors de son passage dans un appareil de fragmentation.
- $F(x, y)$ la fonction de répartition pondérale des grains de taille x obtenus après fragmentation d'un grain de dimension y .
- Les valeurs discrètes de ces fonctions associées à l'intervalle (x_{j-1}, x_j) sont notées q_j et F_{ij} .

On peut donc écrire, si on néglige le phénomène d'agglomération pour chaque tranche i :

$$S_i = \sum_{j=1}^i F_{ij} q_j E_j + (1 - q_i) E_i \dots \dots \dots (14) [20]$$

II.7.2.Approches énergétiques (Relations énergie-réduction de taille)

- Forme générale de la relation

On a constaté depuis longtemps que, dans un processus de fragmentation, une variation de taille infinitésimale est proportionnelle à l'énergie consommée par unité de poids de particules, appelée énergie spécifique. La relation entre l'énergie et la réduction de taille s'écrit de manière générale :

$$dE = - K \frac{dx}{x^n} \dots \dots \dots (15)$$

Où E est l'énergie mise en jeu.

x : la dimension des particules

K et n : des constantes caractéristiques du produit à broyer et de l'appareil utilisé.

L'équation (15) est, en fait, une forme générale d'une équation dont l'intégration permet de retrouver les résultats de travaux antérieurs :

$$\text{Pour } n=2, \text{ on a } E = K \left(\frac{1}{x_2} - \frac{1}{x_1} \right) \dots \dots \dots (16)$$

Cette loi a été trouvée par RITTINGER en 1867, c'est la première des théories émises sur le broyage. Cette loi est encore applicable pour des produits fins.

$$\text{Pour } n = 1,5 \text{ on a } E = 2K \left(\frac{1}{\sqrt{x_2}} - \frac{1}{\sqrt{x_1}} \right) \dots \dots \dots (17)$$

Avec $2K = 10 \text{ Wi Works index en kWh/sh ton}$ (caractéristique du minerai)

$X_2 = d_{80}$ calibre du produit broyé pour lequel on a 80 % de passant

$X_1 = D_{80}$ calibre de l'alimentation pour lequel on a 80 % de passant

On retrouve la loi de B O N D, très utilisée en dimensionnement des broyeurs à boulets ou à barres. [13]

- Limitations de l'approche énergétique

Les relations décrites précédemment entre l'énergie de broyage et la dimension des particules présentent un intérêt certain, mais elles ne rendent pas entièrement compte des réalités industrielles. En fait, la part de l'énergie utilisée pour produire de nouvelles surfaces au cours du broyage est très faible. Dans certains cas, la variation d'énergie, spécifique n'a presque pas d'incidence sur la fracturation, ou du moins ses effets sont «masqués» par d'autres phénomènes consommateurs de puissance.

De plus, si certains de ces phénomènes sont théoriquement mesurables, comme les pertes par dissipation de chaleur (jusqu'à 85 % de l'énergie totale), dans les

transmissions mécaniques (friction, bruit), d'autres sont difficilement évaluables : friction entre particules sans broyage, pertes d'énergie potentielle et cinétique, déformations élastiques et plastiques des particules et production de bruit. Et, par exemple, la plupart des pertes d'énergie dissipées sous forme de chaleur ne joue pratiquement aucun rôle dans la fracturation. On peut donc exprimer toute opération de comminution par la relation suivante : grosse particule + énergie \rightarrow petites particules + chaleur + son

En résumé, toutes ces théories sont critiquables car elles supposent que l'énergie ne dépend que des états initial et final. Or cette énergie dépend également du temps de séjour de la charge dans le broyeur. Les théories cinétiques permettent de prendre en compte l'ensemble de ces paramètres, grâce à une étude des phénomènes physiques mis en œuvre dans l'opération de fragmentation. [20]

II.8. Conclusion

La mise en place de la fonction de broyage a pour but de déterminer les liens de causes à effet qui peuvent exister entre le broyage la distribution granulométrique finale du produit broyé.

La recherche bibliographique nous a permis de déterminer l'ensemble des paramètres qui peuvent influencer le résultat final et ainsi de les prendre en considération lors de la mise en place de la fonction de broyage durant la fragmentation du phosphate beige issu de la carrière de Djebel Onk (Kef Es Snoun).

Chapitre III

Préparation mécanique et techniques d'analyse

CHAPITRE III : LES TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.1.Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter le matériel et les différentes techniques et manipulation qui ont été réalisés au niveau du laboratoire du complexe FERPHOS, durant notre stage de 15 jours, pour réaliser ce travail nous avons effectués les différentes opérations suivantes :

- échantillonnage (homogénéisation, quartage)
- analyse granulométrique (avant et après broyage)
- broyage
- analyse chimique.

III.2.Préparation de la matière première et des échantillons

Pour atteindre l'objectif de notre travail, des échantillons de minerai de phosphate ont été prélevés à la sortie de l'opération de concassage à 20 mm de l'unité de traitement de minerai de phosphate. Un prélèvement a été réalisé en présence des ingénieurs de l'unité par la méthode aléatoire

Avant la caractérisation granulométrique et minéralogique, les échantillons du minerai de phosphate de dimension variant de 15 à 20 mm ont subi préalablement un traitement mécanique, au laboratoire du complexe Ferphos, par une boucle tamisage-concassage manuel avec un marteau jusqu'à une dimension inférieure à 2 mm. L'échantillon global est divisé ensuite en sous échantillons Et₀, Et₁, Et₂, Et₃, Et₄ et Et₅ ayant une masse voisine de 400 g.

Le dispositif qui nous a permis d'obtenir l'échantillon réduit est un diviseur à riffles qui consiste à verser l'échantillon global sur la diagonale du déversoir du diviseur qui, à son tour sépare l'échantillon dans deux bacs à des masses égales. On répète l'opération jusqu'à l'obtention de la prise d'essai 100 g, la masse maximale qui peut contenir le broyeur, et qui est destinée aux essais de broyage-tamisage. Cette méthode s'applique à tous les échantillons du minerai préalablement homogénéisés.

Ce procédé obéit à la loi d'échantillonnage ou de quartage de RICHARDS :

$$Q_i \geq kd^2; \text{ Avec: } m \leq Q_i / kd^2; m = 2^n \Rightarrow \ln(m)/\ln(2)$$

- Q_i : masse de l'échantillon vérifiant la loi de Richards en (kg)
- D : diamètre de la plus grosse particule qui est égale à 2mm ;
- K : coefficient de répartition de la minéralisation qui est égale à 0.1 ;
- N : le nombre de quartages
- M : la masse de l'échantillon ;

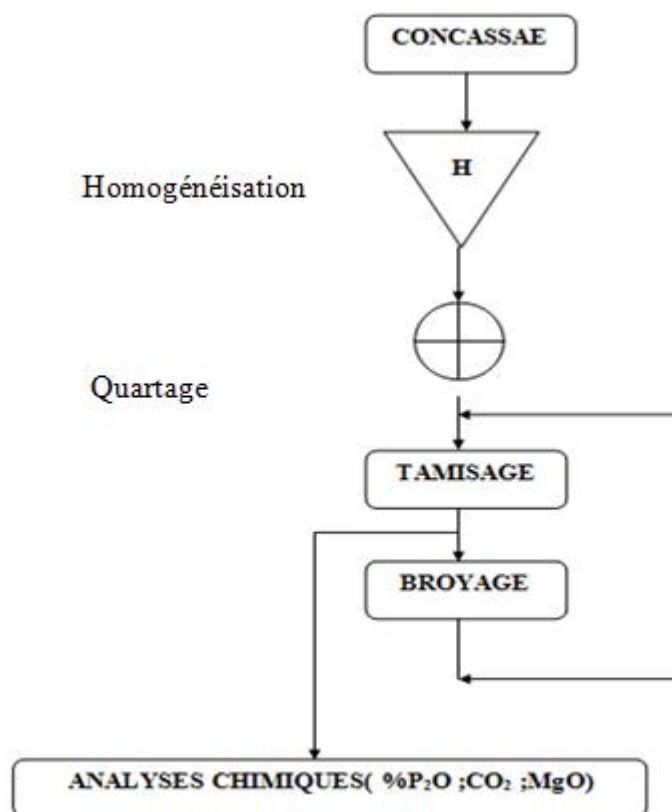


Figure III.1 : Schéma de protocole expérimental de broyage

III.3. L'analyse Granulométrique

Le but de cette analyse est la détermination quantitative de la distribution granulométrique de l'échantillon de phosphate par classes de diamètres avant et après broyage réalisé en fonction du temps. Les échantillons composés de particules de dimensions variables sont séparés par une tamiseuse constituée d'une série de tamis de mailles décroissantes du haut vers le bas et d'ouvertures de: 1 ; 0,8 ; 0,5 ; 0,1 ; 0,08mm. Le tamisage est réalisé pendant 30 minutes avec une fréquence de 60 hertz. Le refus de chaque tamis est pesé.

III.4. Broyage

Les opérations de broyage sont réalisées au laboratoire du complexe minier de djebel Onk et dans un broyeur à mortier RM 200 fonctionnant par pression et friction de la matière. Le minerai est conduit par racloir entre le mortier et le pilon dans le mortier tournant.

Ce guidage forcé garantit que toute la quantité chargée sera soumise en permanence au processus de broyage et de trituration et qu'elle y soit aussi mélangée intensivement.

Le pilon est disposé en quinconce par rapport au mortier, par le contact avec le mortier en rotation et/ou la matière de broyage, il le suit automatiquement. Le poids même du pilon et la pression de ressort réglable agissant sur son arbre génèrent la pression de broyage



Figure II.2 : vibrobroyeur à mortier RM 200

Le broyage a pour but de réduire la granulométrie des échantillons sélectionnés à une granulométrie plus fine. Le broyage des sous échantillons E_0 est réalisé par voie sèche à différents temps ($t_1=5\text{mn}$, $t_2=10\text{ mn}$, $t_3=15\text{mn}$, $t_4=20\text{ mn}$ et $t_5= 25\text{ mn}$). Une caractérisation granulométrique et chimique a été réalisée sur les échantillons avant (Et_0) et après broyage (Et_1 , Et_2 , Et_3 , Et_4 et Et_5) obtenues après les temps de séjours (t_1 , t_2 , t_3 , t_4 et t_5) respectivement.

III.5.Caractérisation des échantillons

Après la pesé des refus de chaque tamis, on a pu calculer le pourcentage du tamisât cumulatif qui nous a permis de tracer les courbes granulométriques (Tableau02 à 10, Annexe)

A l'aide de ces courbes (figures 02 à 10 annexes) on a pu déterminer les différents diamètres caractéristiques des échantillons (D_{10} , D_{30} , D_{50} , D_{60} , D_{80}) qui vont nous permettre de connaître la caractéristique granulométrique des échantillons analysés

III.5.1.Caractérisation granulométrique

a. Diamètres caractéristiques

Les diamètres caractéristiques de minerai sont définie par les diamètres des fractions ayant % en tamisât massique (passant) égale à D_{10} , D_{30} , D_{50} , D_{60} et D_{80} ces diamètres sont utilisés pour déduire les caractéristiques granulaire correspondant à la fragmentation des grains.

b. Le rapport de réduction

Le rapport de réduction est défini par le rapport entre le diamètre de plus gros grain avant et après le broyage qui est laissé passer 80% du passant

En générale est défini par $R_R = \frac{D_{ref}}{d_{ref}}$

Avec D_{ref} et d_{ref} sont respectivement le diamètre de % de référence en passant avant et après broyage. Selon la théorie de bond le D_{ref} est le diamètre 80% passant donc $R_R = D_{80}/d_{80}$

c. Les coefficients caractéristiques

- **coefficient d'uniformité (coefficient de hazan) C_u**

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

L'importance des vides entre celles-ci se trouve alors maximisée,

A l'inverse, un trop grand élément de la granulométrie est présent. Dans un tel cas, les plus petits grains se placent entre les grains plus gros pour combler une partie des vides

$$C_u = d_{60}/d_{10}$$

Si $C_u < 2.5$: La granulométrie est serrée (uniforme);

Si $C_u > 2.5$: La granulométrie est étalée

- **coefficient de courbure C_c**

Le coefficient de courbure vient en complément de coefficient de Hazan et permet de déterminer si la granulométrie est bien graduée ou mal graduée $1 < C_c < 3$: la granulométrique bien graduée (continuité bien répartie)

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

$$C_c = (d_{30})^2 / (d_{10} * d_{60})$$

III.5.2. Energie consommée lors du broyage

La théorie de la fragmentation repose sur la relation liant l'énergie consommée et la taille des particules du produit obtenu à partir d'une taille donnée de l'alimentation par application de la loi de Bond, nous avons pu calculer l'énergie consommée lors du broyage par les différents échantillons.

-La loi appliquée

$$E_b = 10W_i \left(\frac{1}{\sqrt{d_{80}}} - \frac{1}{\sqrt{D_{80}}} \right)$$

Avec :

Wi : Work index caractéristique de la matière ($w_i = 11$ kwh/t pour le minerai de phosphate)

D_{80} : Dimension de la maille du tamis laissant passer 80 % du produit avant broyage

d_{80} : Dimension de la maille du tamis laissant passer 80 % du produit après broyage.

III.6. Analyse chimique

En principe, les résultats d'analyses granulométriques font partie des déterminations physiques. Ici, nous avons effectué des analyses chimiques, à l'instar de ce qui habituel, sur toutes les tranches objets de notre travail. L'objectif c'est d'avoir la composition chimique de chaque tranche en vue de localiser la richesse ou le déficit en matière de tel ou tel élément.

Les analyses chimiques de P_2O_5 , CaO et MgO des fractions granulométriques sélectionnées, sont réalisés par la méthode de spectrophotométrie d'adsorption atomique (SAA) avec l'appareil (Auto analyse 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 annexe).

III.7. fonction de broyage

III.7.1. principe de la fonction de broyage

Le produit de broyage d'un minerai provenant du concassage présente une distribution granulométrique qui dépend des caractéristiques de broyage du matériau et des conditions opératoires du broyeur. Une façon de représenter les granulométries en fonction de la dimension des particules est de les répartir en intervalles de dimensions. La méthode la plus populaire est le tamisage.

On considère alors comme dimension des particules dans un intervalle la moyenne géométrique de l'ouverture des tamis passant et retenu.

Le bilan de matière dans le broyeur est décrit pour chaque fraction granulométrique " i " et tient compte des phénomènes de disparition des particules de dimension " i " selon une

cinétique de premier ordre et l'apparition par la contribution du broyage de particules plus grandes que " i " et dont leurs diamètres est inférieurs.

L'équation de bilan s'écrit pour un broyeur discontinu

$$\frac{dw_i(t)}{dt} = -S_i \delta m_i + \sum_{j=1}^{i-1} b_{i,j} S_j w_j(t), \quad n \geq i \geq j \geq 1$$

Avec

- δm_i = fraction des particules de dimension " i ".
- S_i = fonction de sélection représentant la constante de vitesse de disparition de " i "
- $b_{i,j}$ = fonction de broyage, représentant la fraction des particules " i " produites par le broyage des particules " j ".

$$b_{i,j} = \frac{\delta m_{i,j}(t)}{\delta m_j} = \frac{\delta m_{i,j}(t)}{S_j m_j(t) dt}$$

III.7.2. La fonction de sélection (S_i)

La fonction de sélection S_i décrit le taux de broyage pendant l'unité de temps. Si l'on considère une masse δm_i de grains de dimension d, on admet que la masse dm du produit broyé pendant le temps dt issu de la classe x est proportionnelle à $m_i(t)$ et peut être évaluée par une méthode directe en utilisant le concept de disparition d'une fraction granulométrique avec une cinétique de premier ordre.

$$S_i = \frac{\delta m_i}{m_i(t) dt} \quad \text{ou bien} \quad S_i = \frac{\ln[w_i(t)/w_i(0)]}{t}$$

Les valeurs de S_i peuvent être obtenues par le broyage indépendant de chacune des fractions granulométriques pour différents intervalles de temps. La constante de vitesse (S_i) peut être calculée par mesure de $w_i(0)$ et $w_i(t)$ pour un seul temps ou pour une série de mesures à différents temps de broyage à l'aide de la pente du graphique de $\ln[w_i(t)/w_i(0)]$ en fonction du temps de broyage.

III.8. conclusion

Pour nous permettre d'atteindre l'objectif de ce travail, nous avons préparés différents échantillons à travers un ensemble de manipulation qui ont pour but d'obtenir des échantillons homogènes et représentatifs de l'échantillon globale.

Ces manipulations sont l'homogénéisation et le quartage basé sur le principe de l'énoncé de la loi de Richards.

L'étape suivante est le broyage, les différents échantillons vont subir des temps de broyage différents allant de 5 à 25 minutes avec un intervalle de 5 minutes.

Les produits obtenus vont subir une analyse chimique afin de connaître la teneur en P_2O_5 du minerai de phosphate beige du Kef Es Snnoun et une analyse granulométrique, qui va nous permettre de suivre la cinétique de broyage.

Les résultats seront utilisés dans le chapitre suivant dans le but de modéliser la fonction de broyage.

Chapitre IV

Résultats et discussions

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Introduction

L'objectif de ce travail est la modélisation de la fonction de broyage du minerai de phosphate beige du gisement de Kef Es Sennoun de la mine de djebel Onk (Tébessa-Algérie).

On a utilisé les résultats obtenus lors de l'application des protocoles cités lors du chapitre précédent à fin de déterminer l'influence du temps de broyage sur la fonction de broyage **bi** et de sélection **Si**.

IV.2. Caractérisation granulométrique

IV.2.1. Analyse granulométrique

Les analyses granulométriques ont été réalisées pendant 30 minutes à une fréquence de 60 Hertz sur 5 échantillons de minerai de phosphate beige de dimension maximale 2 mm noté initialement (Et_0) et sur les produits de broyage notés (Et_1 , Et_2 , Et_3 , Et_4 et Et_5) à différents temps ($t_1=5\text{min}$, $t_2=10\text{ min}$, $t_3=15\text{min}$, $t_4=20\text{min}$, $t_5=25\text{min}$). Les résultats de % cumulatif passant en fonction du temps de broyage de chaque fraction granulométrique obtenus sont illustrés sur le tableau IV.1 et la figure IV.1

Tableau IV.1 : Analyse granulométrique en fonction du temps de broyage

Fractions granul/temps (min)	% Cumulatif passant					
	0	5	10	15	20	25
>1mm	95,64	99,7	99,81	99,29	99,54	99,41
0,8-1mm	94,58	99,46	99,56	99,13	99,44	99,36
0,5-0,8mm	86,05	98,55	98,72	98,83	98,51	98,50
0,1-0,5	13,78	35,28	38,38	43,41	48,15	52,10
0,08-0,1	9,66	29,17	32,39	37,36	39,78	43,11
<0,08	0	0	0	0	0	0

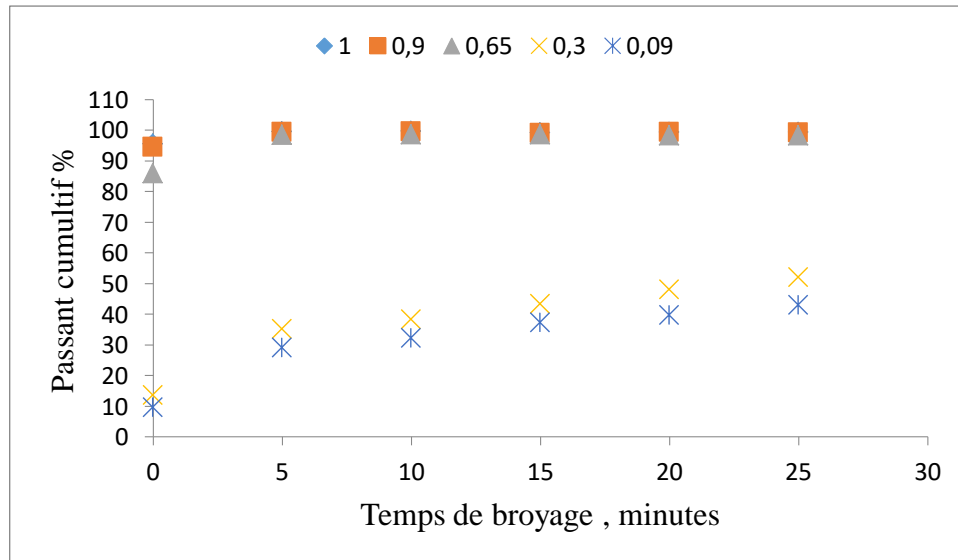


Figure IV.1 : Variation de % passant cumulatif en fonction du temps de broyage

($t_1=5\text{min}$, $t_2=10\text{ min}$, $t_3=15\text{min}$, $t_4=20\text{min}$, $t_5=25\text{min}$) par fraction granulométrique.

De ces résultats, on enregistre clairement la variation de % de passant cumulatif en fonction du temps de broyage pour toutes les fractions granulométriques étudiées.

Cette variation est différentes pour les fractions fines ($<0.1\text{ mm}$) et grossière ($>0.5\text{ mm}$). En revanche :

- L'augmentation de % passant est très significative pour les fractions fines (de 10 % à plus de 50 % pendant 25 min, de 10% aux environ 45 % pendant 10 à 20 min de broyage, et en moyenne 35% pendant 5 à 10 min). En effet la variation entre $t=5\text{min}$ et $t=25\text{min}$ est de forme linéaire d'une équation à coefficient de distribution proche de l'unité et d'une équation sous forme :

$$y=at+b ;$$

Avec y est le % passant cumulatif

t est le temps de broyage (min) ($>5\text{min}$)

a pente positive de la droite coupant l'axe des ordonnées en point b

Les résultats sont résumés dans le tableau ci-dessous

Tableau IV.2: Equation de variation de % cumulatif passant par fraction granulométrique en fonction du temps.

Fraction granulométrique (mm) [d_{\max} - d_{\min}]	Equation de variation de % cumulatif passant $Y[d_{\max}-d_{\min}]$ en fonction du temps de broyage (t)
>1	$y_{>1}=y_{[0,8-1]}=y_{[0,8-0,5]}=-0,006t+98,71$
0,8-1	
0,8-0,5	
0,5-0,1	$y_{[0,5-0,1]}=0,868t+30,44$
0,1-0,08	$y_{[0,1-0,08]}=0,705 t+25,78$
<0,08	$P_{<0,08}=0$

Ces résultats montrent que:

- Le % passant cumulatif a atteint le maximum (99%) pour les fractions > 0.5 mm pendant un temps de séjour de 5 min dans le broyeur, et qui reste constant après 10min, 15min, 20min et 25min, d'où une variation constante en fonction du temps. Ce qui est expliqué certainement par leur forte broyabilité.
- La disparition quasi-totale de cette fraction (>0,5 mm) sera obtenu pour un % passant cumulatif égale à 100 % donc au bout d'une heure et 45 mn pour alimenter les fractions fines.
- L'examen des équations des courbes de tendance obtenues avec un coefficient de détermination proche de 1 pour les deux fraction fine [0,1-0,5] et [0,1-0,08] montre que la variation de % passant cumulatif est régulière en fonction du temps. Néanmoins la pente de variation de la fraction [0,1-0,5] est très importante que la pente de variation de la fraction [0,1-0,08] ceci est dû au fait que la broyabilité est d'autant plus faible que la dimension des grains est réduite d'un côté et de l'autre côté les fractions réduites par broyage alimente forcément les fractions plus petite.

IV.2.2. Evolution des coefficients granulométriques (Cc, Cu) et le taux d'écrasement B_{10}

Les résultats des analyses granulométriques réalisées avant et après broyage nous a permis de suivre l'évolution de quelques caractéristiques granulométriques très

importantes à savoir les coefficients granulométriques de courbure (Cc) et d'uniformité (Cu), le diamètre laissant passé 80 % du produit (D_{80}), 10% avant et après broyage, le rapport de réduction ainsi que le taux d'écrasement B_{10} en fonction du temps de broyage. Les résultats sont rassemblés dans le tableau IV.3

Tableau IV.3 : Caractéristiques granulométriques avant et après broyage en fonction du temps

Temps de broyage (min)	D_{80}	D_{10i}	D_{10f}	R_R	Coefficient granulométrique		Taux d'écrasement $B_{10}=1 - \frac{D_{10f}}{D_{10i}}$
					Cu	Cc	
0	0.45	0,075	0,075	/	4.28	1.21	0
5	0.36	0,075	0,025	1.25	9.6	1.07	0,67
10	0.35	0,075	0,025	1.29	9.2	1.11	0,67
15	0.34	0,075	0,025	1.32	8.4	0.69	0,67
20	0.33	0,075	0,025	1.41	13.52	0.92	0,67
25	0.31	0,075	0,025	1.49	12.31	0.52	0,67

Les résultats portés sur le tableau précédent montre que:

Pour tous les échantillons on remarque que $Cu > 2.5$ ce qui signifie que la granulométrie est étalée, la proportion de chaque classe granulométrique est proche les unes des autres. On conclut que la granulométrie est étalée et bien graduée avant broyage (minerai est de taille intermédiaire), mais elle devient mal graduée après broyage (présence majoritaire de fines particules).

➤ A moins de 10 min de broyage la granulométrie du minerai est bien graduée la valeur de Cc est comprise entre 1 et 3, tant dis que à plus de 10 min la granulométrie est mal graduée la valeur est inférieur à 1 qui est certainement dû à l'importance des particules fines par rapport au grossière réduites par broyage.

- L'analyse granulométrique avant et après broyage a donné un taux d'écrasement de 0,67, plus B_{10} se rapproche de 1 plus il y'a rupture des grains, dans notre cas la rupture des grains est bien confirmée. Cette rupture entraine une diminution de la taille des grains qui induit une augmentation des % des particules fines et par conséquent une modification de la distribution granulométrique et l'état de surface des grains. En effet, le paramètre majeur influençant la rupture des grains est l'évolution de l'étalement granulométrique.

IV.2.3. Evolution des paramètres de broyage

Une particule ou un grain est généralement de forme irrégulière et n'a pas réellement qu'une dimension unique. Sa "taille" est habituellement exprimée en termes de diamètre d'une sphère qui serait équivalente par rapport à ses propriétés (volume, surface ou surface volumique).

Les diamètres équivalents caractéristiques de minerai à savoir le diamètre équivalent en volume (d_v) le diamètre équivalent en surface volumique (d_{sv}), la variation de la surface spécifique (ΔS_s) ont été évalués avant et après broyage en fonction du temps accompagnée de la consommation énergétique. Les résultats sont rassemblés dans le tableau ci-dessous et les figures (IV.2, IV.3)

Tableau IV.4: Diamètres caractéristiques et surfaces spécifiques avant et après broyage en fonction du temps

Temps (mn)	d_v (mm)	d_{sv} (mm)	S_s (mm^2/mm^3)	$\Delta S_s = S_s(t=0) - S_s(t)$	Energie E (w/t)
0	0,33	0,18	32,81	/	/
5	0,22	0,10	60,60	27,78	44,43
10	0,21	0,09	64,75	31,94	152,71
15	0,20	0,08	71,24	38,42	231,63
20	0,26	0,08	75,44	42,63	285,89
25	0,18	0,07	80,05	47,24	450,38

- On remarque une diminution du d_v et de d_{sv} après broyage dû à la réduction du volume du minerai et cette diminution est plus importante quand le temps de séjour dans le broyeur est plus important (la diminution du d_{sv} s'explique par une augmentation de surface et une diminution du volume).

- La surface spécifique augmente pour chaque échantillon quel que soit le temps de broyage mais cette augmentation dépend énormément du temps de broyage, on remarque que plus le temps de broyage est grand plus la valeur de la surface spécifique est importante. En effet, ceci est expliqué par la création de surface, le broyage a pour conséquence direct de réduire le diamètre des grains (diminution du volume) et augmentation de la surface spécifique.

- On remarque que l'énergie utilisée augmente régulièrement avec l'augmentation de temps de broyage (figureIV.4). La variation est sous forme linéaire et de pente positive d'une équation:

$$E = 18,901 t - 50,515$$

La réduction de tailles de grains consomme de l'énergie, le processus de réduction est dû aux forces générées par le broyeur durant le broyage (compression, écrasement et chocs entre grains) ces forces résultent du mouvement de rotation du broyeur lequel consomme une énergie électrique.

Cette augmentation peut aussi s'expliquer par l'augmentation de la finesse des particules, plus les grains sont fins, moins y a de chance qu'ils puissent subir un choc.

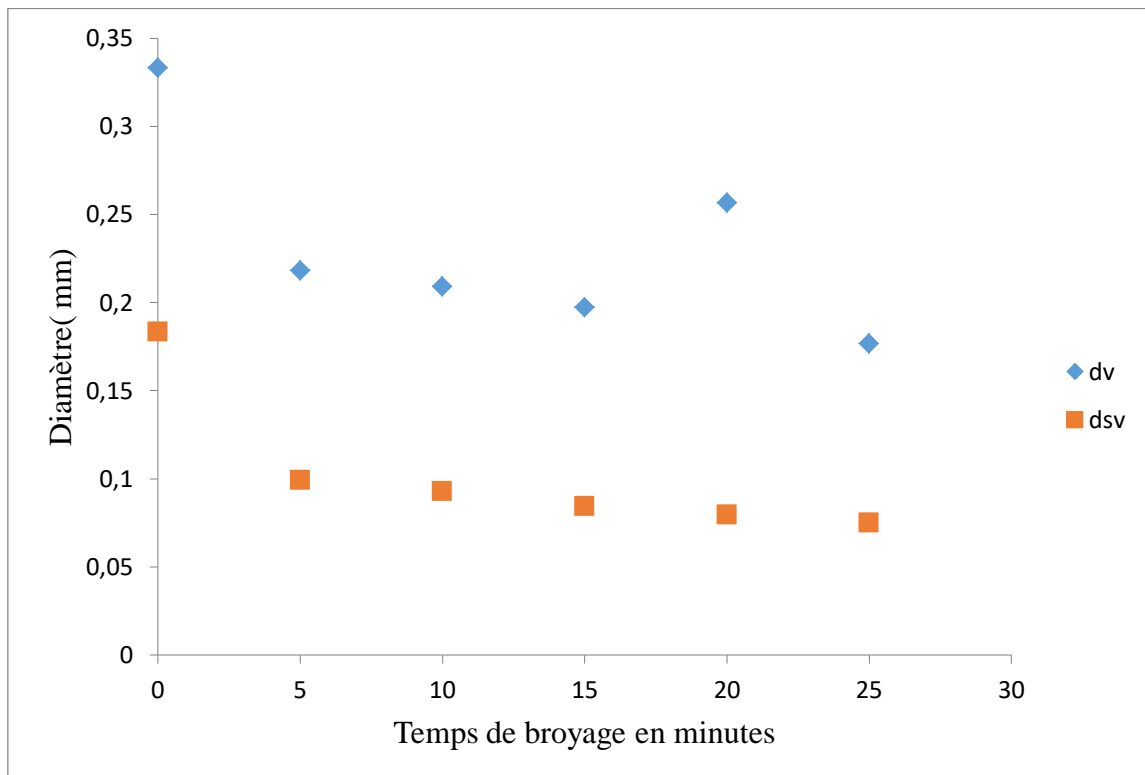


Figure IV.2 : Variation du diamètre équivalent en volume (dv) et en surface spécifique (dsv) en fonction du temps du broyage

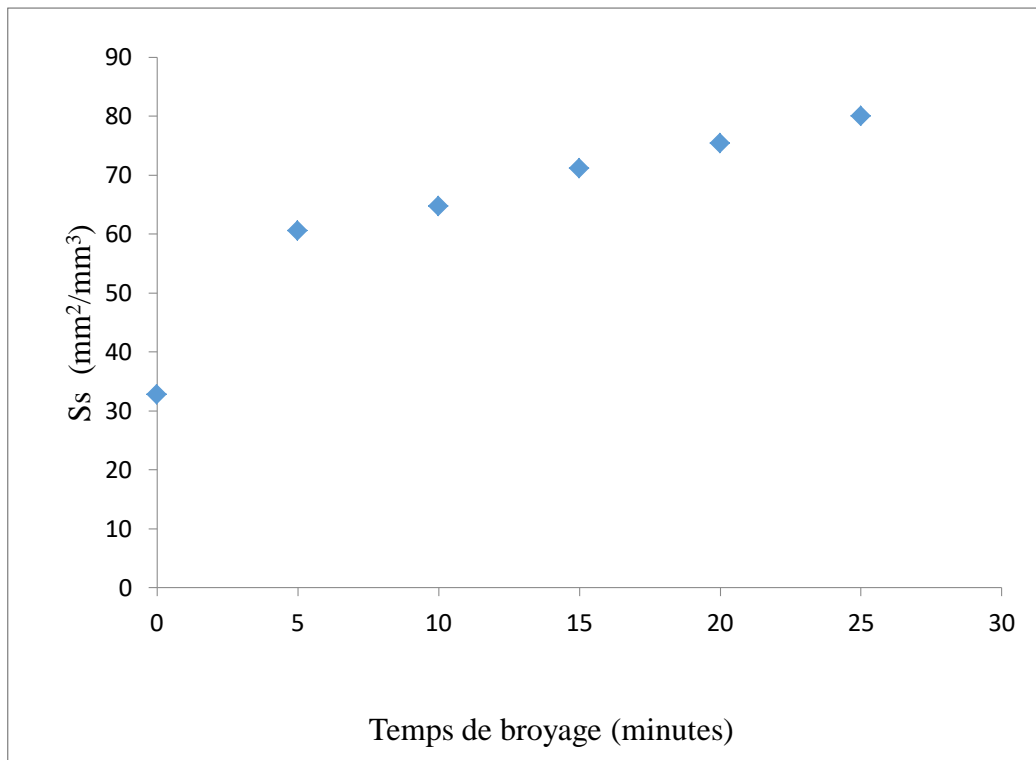


Figure IV.3 : Variation de la surface spécifique(Ss) en fonction du temps de broyage

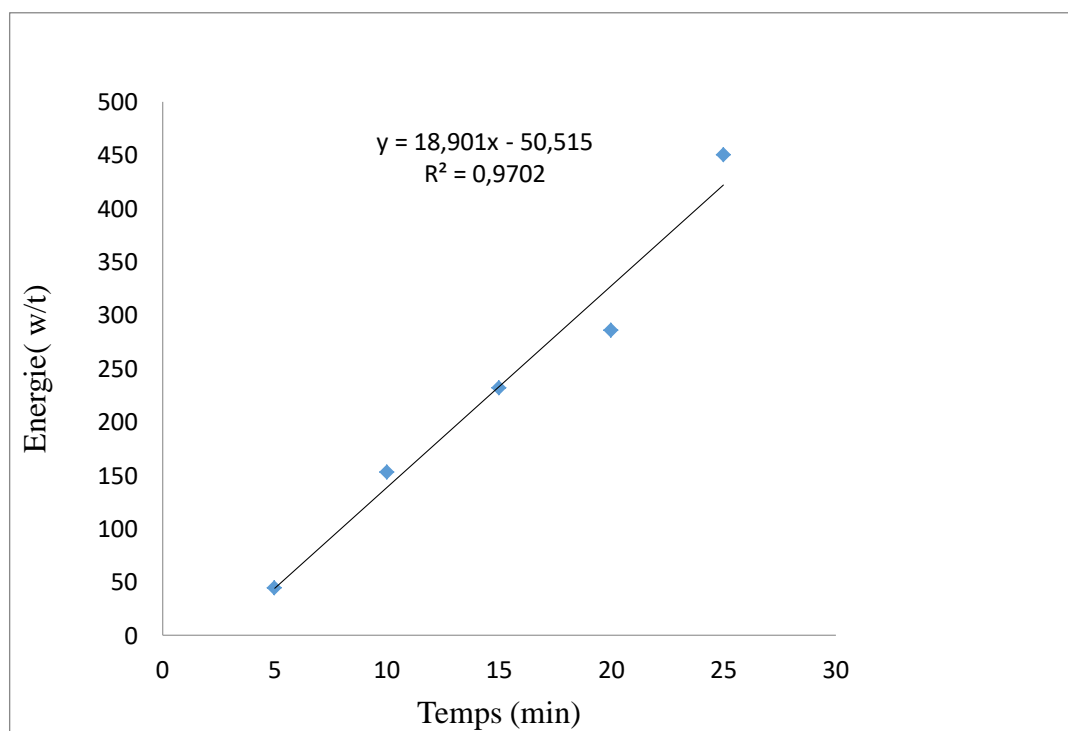


Figure IV.4 : Variation de l'énergie consommée en fonction du temps du broyage.

IV.3. Analyse chimique

IV.3.1. Evolution de la composition chimique

L'évolution des teneurs en P_2O_5 , MgO , et CO_2 ont été réalisées sur les échantillons après broyage en fonction du temps par fraction granulométrique. L'objectif visé est l'étude de l'influence du broyage sur la composition chimique des éléments majeurs et mineurs. Les résultats obtenus sont rassemblés dans les tableaux IV.5 à IV.8

Tableau IV.5 : Composition chimique de l'échantillon global en fonction du temps de broyage

Temps (minute)	(%) CO_2	(%) MgO	(%) P_2O_5
5	8,64	2,25	26,66
10	8,45	2,12	27,7
15	8,51	2,02	27,33
20	8,58	1,98	27,19
25	8,60	2	27,18

Les résultats obtenus montrent une variation de la composition chimique en fonction du temps de broyage des échantillons obtenus. En effet, on enregistre une faible augmentation de la teneur en P_2O_5 et une légère diminution de la teneur en MgO et une stabilité de la teneur en CO_2 .

Tableau IV.6 : Variation de la teneur en P_2O_5 en fonction du temps de broyage par fraction granulométrique

Diamètre (mm)	Temps (minute)				
	5	10	15	20	25
1	21,44	24,01	21,78	23,98	24,5
0.8	/	/	/	/	/
0.5	25,05	24,12	30,06	24,25	28,26
0.1	30,23	30,2	23,42	29,72	29,66
0.08	26,43	27,35	27,28	27,54	24,94
<0.08	22,33	23,8	23,71	24,45	24,48

Contrairement à l'échantillon global, la teneur en éléments utile P_2O_5 varie considérablement en fonction du temps de broyage et par fraction granulométrique. Les éléments phosphatés sont libérés principalement dans la fraction intermédiaire +0,1-0,8mm, ceci est montré par l'élévation de % P_2O_5 à l'ordre de 30%.

Pour les autres fractions une fluctuation des valeurs de % P_2O_5 variant de 22 % à 24% pour la fraction $<0,08$ et de 21 à 24% pour la fraction $>1\text{mm}$, a été observée.

Tableau IV.7 : Variation de la teneur en MgO en fonction du temps de broyage par fraction granulométrique

DIAMETRE (mm)	Temps (Minutes)				
	5	10	15	20	25
1	1,94	3,44	2,08	3,41	3,50
0.8	/	/	/	/	/
0.5	2,58	3,34	3,48	3,05	1,82
0.1	0,89	1,06	0,96	1,02	1,06
0.08	2,68	2,42	2,42	2,08	3,05
<0.08	3,91	3,51	3,58	3,21	4,01

La teneur des MgO évolue en fonction du temps de broyage elle augmente au fur à mesure que le temps de broyage augmente dans les classe granulométriques grossières

Dans ces classes granulométriques grossières la quantité de MgO reste la même c'est sa proportion qui change étant donné que les autres composé chimiques subissent une fragmentation et alimente les classes inférieurs

Parmi les méthodes pour diminuer la teneur du MgO la séparation granulométrique permet d'éliminer une partie importante des MgO

Tableau IV.8 : Variation de la teneur en CO_2 en fonction du temps de broyage par fraction granulométrique

Diamètre (mm)	Temps (minute)				
	5	10	15	20	25
1	18,28	10,11	12,24	9,79	9,79
0.8	10,23	10,44	10,93	10,12	10,44
0.5	7,83	11,42	13,06	10,77	11,42
0.1	6,85	7,18	6,90	6,2	6,85
0.08	10,61	14,36	8,81	8,49	8,16
<0.08	13,38	13,06	11,42	11,1	10,77

Les résultats obtenus montrent clairement la variation de % en CO_2 par classe granulométrique et par temps de broyage. La teneur en CO_2 est très importante dans les fractions grossières ($>0,8\text{mm}$) et les fractions fines $<0,1\text{mm}$, témoignant de l'importance des carbonates et des matières organiques dans ces dernières constituant ainsi la gangue, et faible dans la fraction allant de 0,1mm à 0,5 mm riche en particules phosphatées. En

revanche, le broyage modifie cette composition. Le % CO_2 a diminué principalement dans la fraction $> 1\text{mm}$ de 18,28% à 10,11 % après 10 mn de broyage (même résultats après 25 min) et a diminué dans la fraction $< 0,08\text{ mm}$ de 13,38 à 10,77%. Par conséquent pour les fractions de dimension allant de 0,08 à 0,8 mm, les teneurs en CO_2 restent fluctuantes

IV.3.2. Conclusion

D'après les résultats on a enregistré un changement dans des teneurs des différents composants en fonction de la classe granulométrique.

On remarque aussi que la teneur de P_2O_5 la plus élevée se trouve dans la classe granulométrique [0.08-0.1mm] et qui est appelée la classe noble, classe dans laquelle on retrouve la teneur la plus élevée du produit marchand.

Quant à la teneur du MgO elle se concentre essentiellement dans la fraction grossière comprise entre [0.5-1mm].

Et pour finir la teneur du CO_2 est répartie d'une manière relativement homogène sur toutes les classes.

IV.4. Etude cinétique de broyage

L'étude cinétique considère l'ensemble des événements qui se produisent au cours du broyage effectué au cours du temps. Cette approche consiste à analyser l'effet du broyage en séparant le processus de fragmentation en deux fonctions:

- La fonction de sélection $S(x)$ qui définit le pourcentage de grains de dimension x qui, par unité du temps sont broyés;
- La fonction de distribution, dite de broyage $B(x,y)$, qui définit la distribution des fragments obtenus par broyage, c'est à dire, le pourcentage de grains de dimension y qui, étant broyés, donnent des grains de taille inférieure à x avec $y \geq x$

La détermination des matrices de broyage et de sélection donnant la contribution de chaque espèce de particules dans le processus de fragmentation des grains a été réalisé et évalués à partir des résultats d'analyse granulométrique en fonction du temps de broyage, les résultats de la fonction de broyage et de sélection sont rapportés sur les tableaux (26 à 30 dans l'annexe).

Un suivi de la variation de la masse retenue sur chaque tamis en fonction du temps (dmi/dt) a été effectué pour chaque fraction granulométrique, les résultats sont présentés par les Figure IV.09 jusqu'à la Figure IV.13

IV.4.1. La fonction de broyage $b_{i,j}$

La fonction de broyage a été déterminé séparément pour les fractions grossières (réduites par broyage) (>0.1 mm) et pour les fractions fines (alimentées par les précédentes) est représentée sur les figures (IV.5 et IV.6) respectivement. On rappelle que la fonction de broyage est exprimée par l'équation: $b_{i,j} = \frac{\delta m_{i,j}(t)}{\delta m_j} = \frac{\delta m_{i,j}(t)}{S_{j.mj}(t)dt}$, les équations expérimentaux correspondante sont rassemblées dans les tableaux (IV.9 et IV.10)

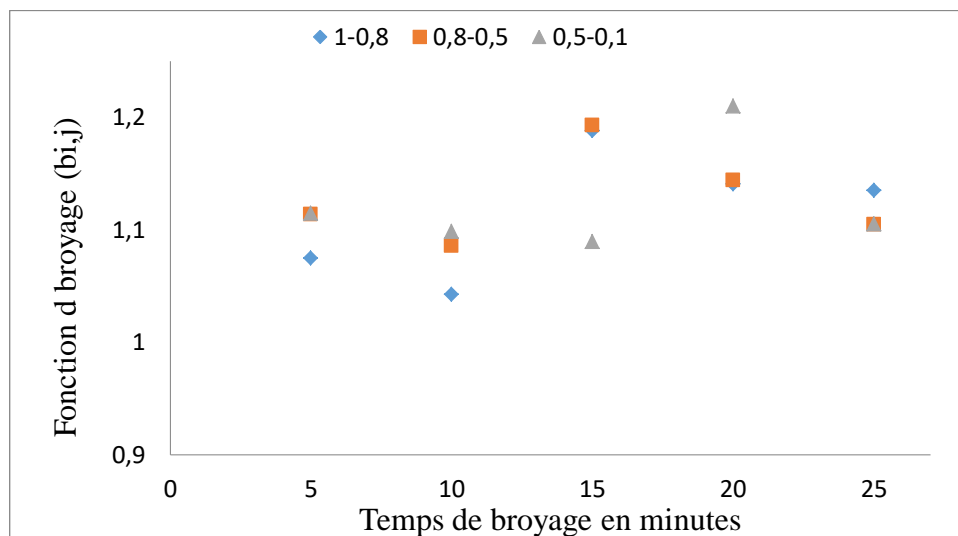


Figure IV.5: Variation de la fonction de broyage en fonction du temps de broyage pour les fractions >0.1 mm

Tableau IV.9 : Equation de variation de la fonction d broyage ($b_{i,j}$) en fonction du temps de broyage pour les fractions >0.1 mm

Fractions (mm)	Equation	R ²
0.8-1	$b(ij) = 4E-05t^4 - 0,0025t^3 + 0,0536t^2 - 0,4471t + 2,2585$	1
0.5-0.8	$b(ij) = 3E-05t^4 - 0,0019t^3 + 0,0411t^2 - 0,3439t + 2,0262$	1
0.1-0.5	$b(ij) = -3E-05t^4 + 0,0018t^3 - 0,0326t^2 + 0,2387t + 0,5375$	1

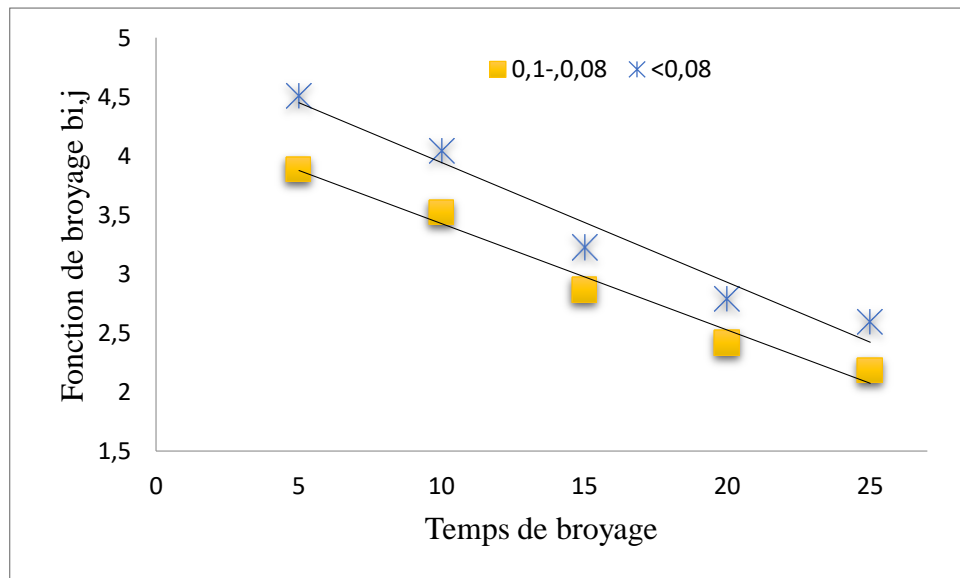


Figure IV.6 : Variation de la fonction de broyage en fonction du temps de broyage pour les fractions (<0.08 à 0.1)

Tableau IV.10 : équation de la fonction de broyage en fonction du temps de broyage

Fractions (mm)	Equation	R ²
0.08-0.1	$b(ij) = -0,0902t + 4,3271$	0,9785
<0.08	$b(ij) = -0,1013t + 4,9539$	0,9595

Une diminution régulière de la fonction de broyage par augmentation du temps et pour toutes les fractions granulométrique. En effet, la diminution est très prononcée pour les fractions fines < 0,5mm. Ce qui est expliqué par la diminution de % de grains de dimension supérieure qui étant broyés donnent des grains de taille inférieure.

IV.4.2.Fonction de sélection

La fonction de sélection a été calculée et représentée graphiquement sur la figure IV.8 par

application de l'équation suivante $S_i = \frac{\delta m_i}{m_i(t)dt}$

Les équations expérimentaux ont été évaluées et rassemblées dans le tableau IV.11

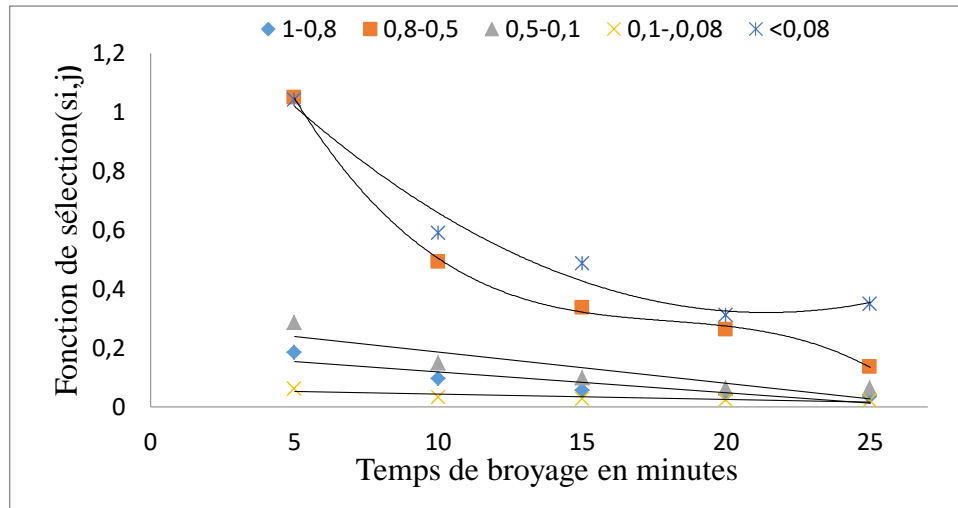


Figure IV.7 : Variation de la fonction de sélection en fonction du temps de broyage pour chaque fraction granulométrique.

Tableau IV.11 : Equations de la fonction de sélection en fonction du temps de broyage

Fraction (mm)	Equation	R ²
0.8-1	$S_i = -0,0071t + 0,1896$	0,8164
0.5-0.8	$S_i = -0,0003t^3 + 0,0163t^2 - 0,3005t + 2,1796$	0,9991
0.1-0.5	$S_i = -0,0106t + 0,2923$	0,8172
0.08-0.1	$S_i = -0,0018t + 0,0603$	0,7595
<0.08	$S_i = 0,0026t^2 - 0,1113t + 1,5111$	0,9744

Contrairement à la fonction de broyage qui varie inversement par rapport à la fonction de sélection, cette dernière est très importante pour la fraction fine <0,1mm. En effet le % des grains de ces deux fractions (0,1 mm et 0,08) a nettement augmenté et alimenté par les fractions de taille supérieures broyées par unité de temps, ce qui est confirmé par les faibles valeurs de la fonction de sélection principalement pour les fractions supérieures à 0,5 mm.

IV.4.3. La cinétique de broyage dmi/dt

Cette fonction nous permet de suivre l'évolution pondérale de chaque fraction en fonction du temps, et elle est la combinaison de la fonction de broyage $b_{i,j}$ et la fonction de sélection $S_{i,j}$. Les résultats sont présentés sur les figures IV.9 à IV.13

Selon l'équation suivante : $\frac{dwi(t)}{dt} = -S_i \delta m_i + \sum_{\substack{j=1 \\ i>1}}^{i-1} b_{i,j} S_j w_j(t)$, $n \geq i \geq j \geq 1$

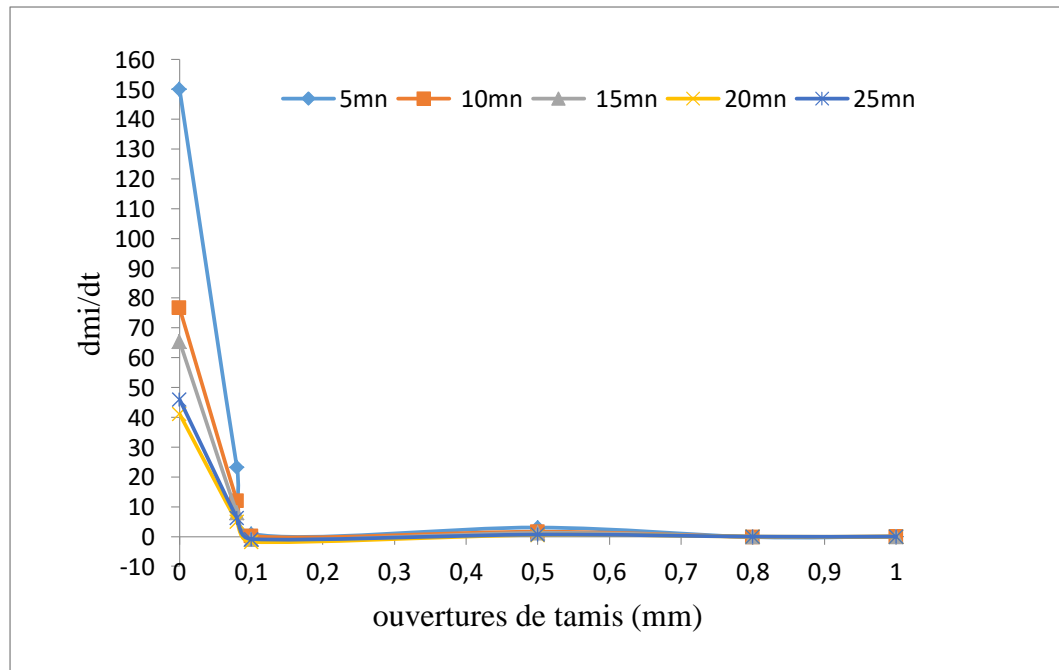


Figure IV.8: La variation de la cinétique du broyage en fonction des ouvertures des tamis.

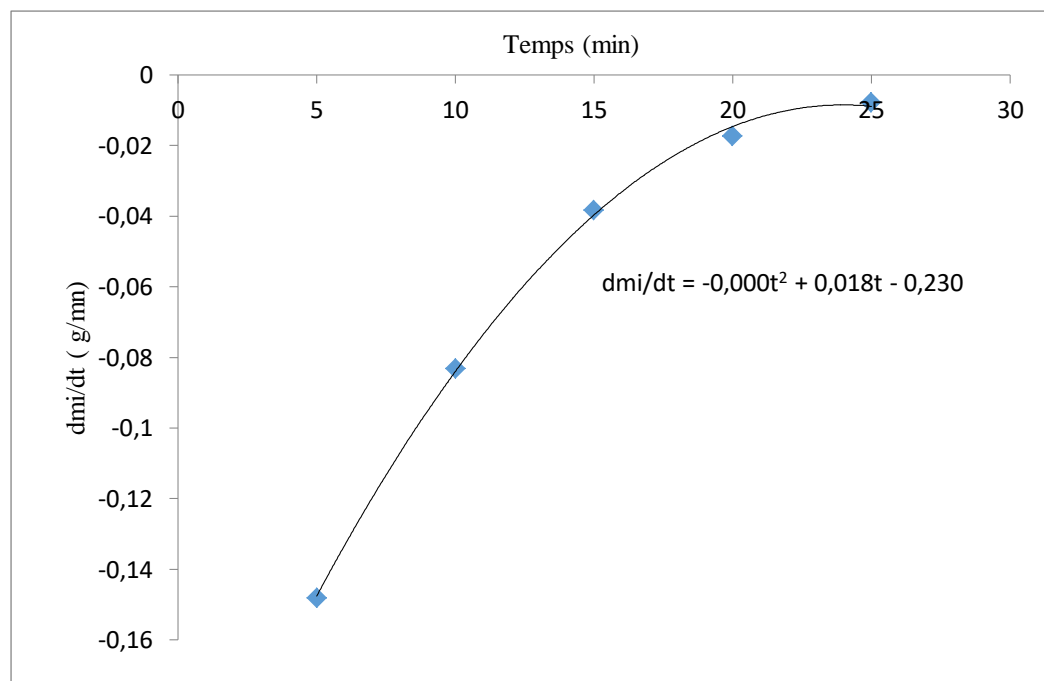


Figure IV.9: La variation de la masse de la fraction [0.8-1mm] en fonction du temps de broyage

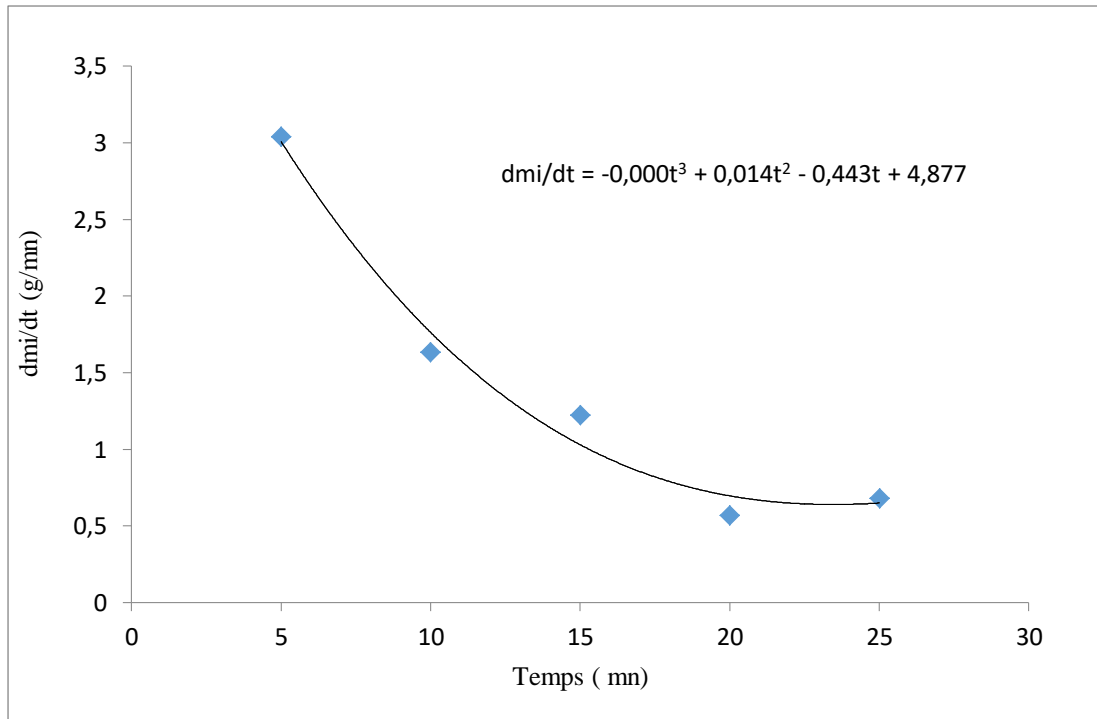


Figure IV.10: La variation de la masse de la fraction [0,5-0,8mm] en fonction du temps de broyage

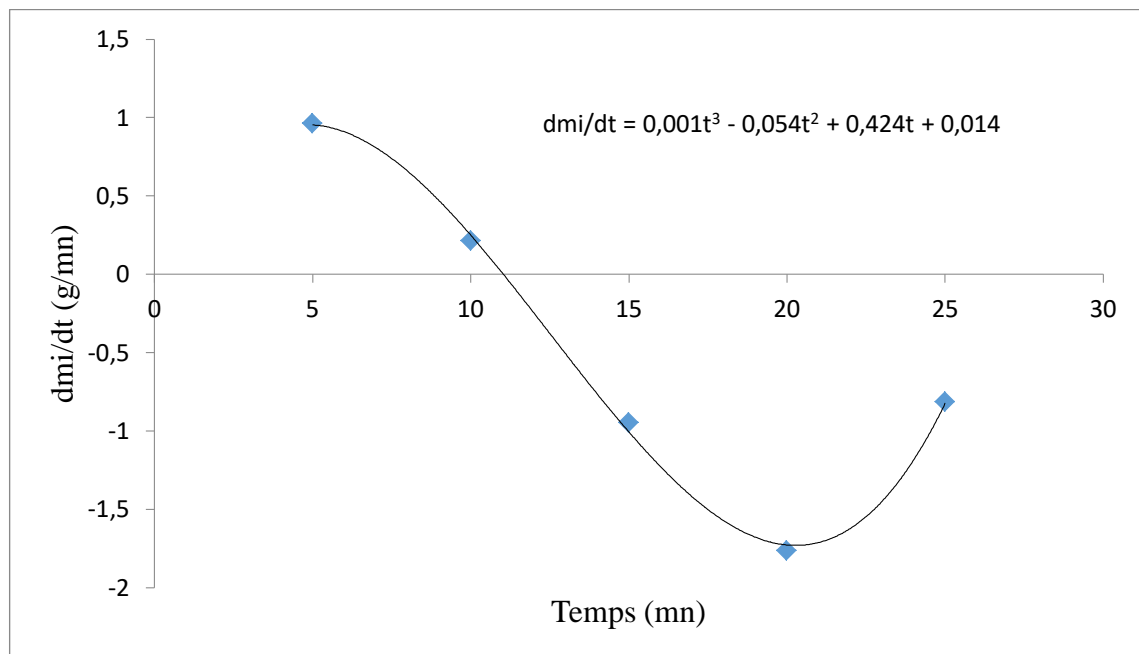


Figure IV.11: La variation de la masse de la fraction +0,1-0,5mm en fonction du temps de broyage

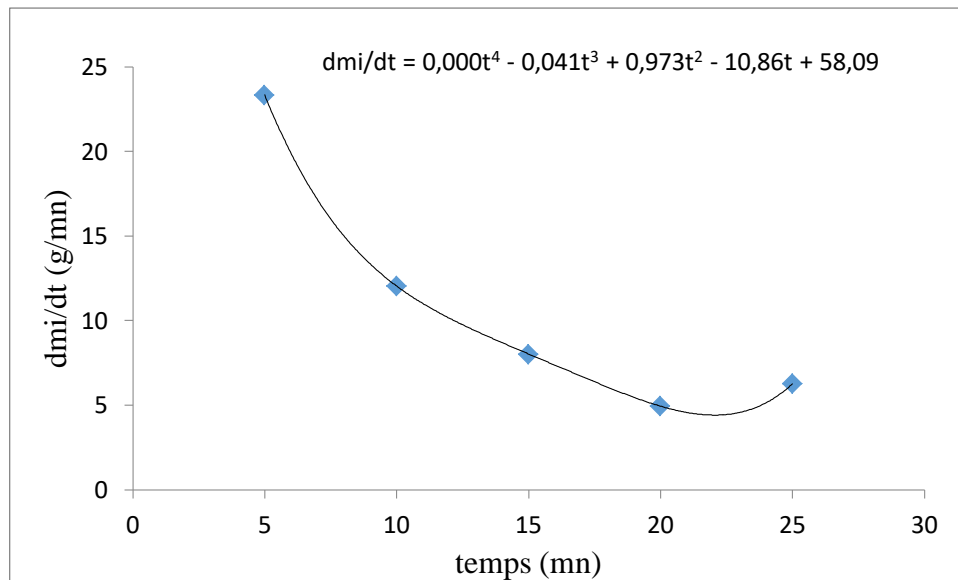


Figure IV.12: La variation de la masse de la fraction +0,08-0,1mm en fonction du temps de broyage

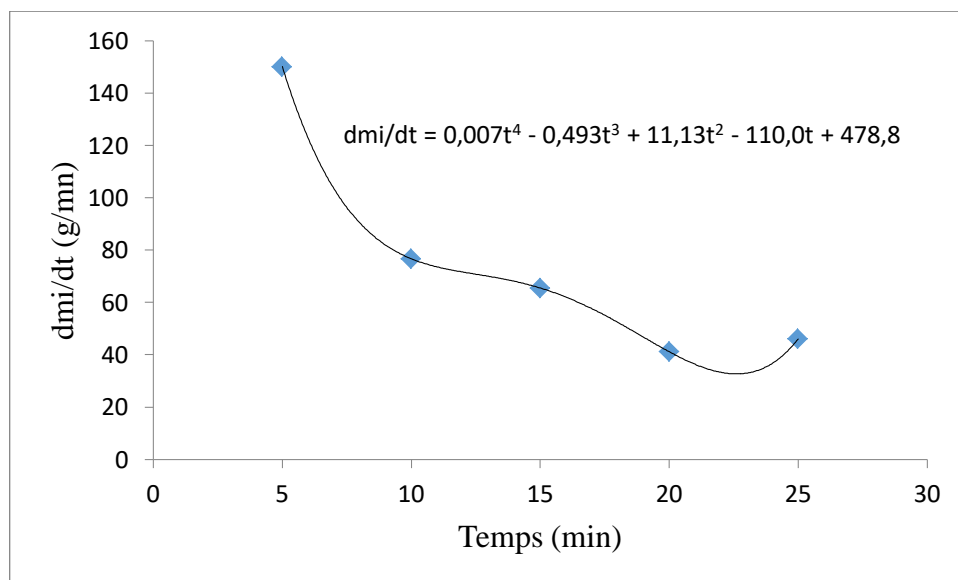


Figure IV.13: La variation de la masse de la fraction -0,08mm en fonction du temps de broyage

Les résultats portés sur les figures précédentes montrent une différence de variation de la cinétique par fraction granulométrique. En effet, pour :

- La fraction [0.8-1] : On remarque une augmentation de la valeur du dmi/dt, elle passe de -0.15 pour l'échantillon Et₁ (temps de broyage de 5 minutes) à -0.08 pour

l'échantillon $Et_2(t_2=10\text{min})$, puis -0.04 pour l'échantillon $Et_3(t_3=15\text{min})$, la tendance qui ressort est que cette valeur tend vers une valeur maximale aux alentours de -0.1g/minutes

L'augmentation de la valeur de dmi/dt correspond à une accélération de la cinétique de broyage jusqu'à un certain temps de broyage, dépassé cette limite la vitesse de sélection se stabilise avant un éventuelle ralentissement

Ceci est probablement dû aux particules alimentés par la classe supérieur ($>1\text{mm}$), les particules durs contribue au broyage des particules fragiles.

➤ La fraction $[0,5-0,8\text{mm}]$: On remarque cette fois-ci une diminution de la valeur du dmi/dt qui va de l'échantillon $Et_1(t_1=5\text{min})$ à $Et_4(t_4=20\text{min})$ ou elle passe de 3.04 à 0.57 avant une légère augmentation à 0.68 pour l'échantillon $Et_5(t_5=25\text{min})$

Ces résultats montrent clairement une diminution de la vitesse de séparation

Ce ralentissement peut s'expliquer par la diminution de l'apport de la classe supérieur, la quantité de matière disponible diminue à mesure que le temps de broyage augmente

➤ La fraction $[0,1-0,5]$: On remarque aussi une diminution en fonction du temps de broyage, elle commence de l'échantillon $Et_1(t_1=5\text{ minutes})$ et qui s'accroît avec l'augmentation du temps de broyage jusqu'à l'échantillon $Et_4(t_4=20\text{minutes})$ ou la valeur passe de 0.96 à -1.77 , puis on constate une nette augmentation de la valeur de dmi/dt pour atteindre -0.8

La diminution peut s'expliquer par un changement dans le mécanisme de l'action du broyeur en diminuant l'action de cascade

➤ La fraction $[0,08-0,1]$: On remarque une diminution de la cinétique de broyage, la valeur passe de 23.33 pour l'échantillon $Et_1(5\text{ minutes})$ à 12.04 pour l'échantillon $Et_2(10\text{ minutes})$ cette baisse se poursuit pour les échantillons $Et_3(15\text{ min})$ et $Et_4(20\text{ min})$ dont les valeurs sont respectivement 8.03 et 4.94 mais à partir de 20 minutes de temps de broyage on remarque une augmentation de cinétique de broyage ou la valeur passe de 4.94 pour l'échantillon $Et_4(20\text{ minutes})$ à 6.26 pour l'échantillon pour $Et_5(25\text{ minutes})$

La baisse de la vitesse de séparation est probablement due à la présence de deux phases minérales différentes, l'une étant durs et l'autre friable diminue l'efficacité de broyage

➤ La fraction $<0,08$: On remarque la même chose que pour la fraction précédente une diminution suivie d'une légère augmentation des valeurs du dmi/dt .

Le phénomène de ralentissement de la cinétique de broyage s'explique par l'augmentation des fines particules dans le mélange qui a pour résultat de réduire l'efficacité de broyage dû à l'effet d'amortissement

IV.4.4.Conclusion

Les différents résultats obtenus lors des protocoles tamisage/broyage montre clairement une interaction temps de broyage avec la cinétique de broyage (fonction de broyage b_i et de sélection S_i)

Ces résultats s'expliquent tout d'abord par une efficacité de broyage, le grain subit une diminution de volume et diamètre au cours du processus de fragmentation.

On remarque que pour la fonction de broyage (b_i) une diminution importante pour les fractions fines qui peut s'expliquer par la diminution de l'apport des fractions supérieures

Alors que pour la fonction de sélection on remarque une augmentation importante surtout pour les fractions fines qui est due à l'alimentation des fractions fines par les fractions supérieures durant le broyage, cette quantité de matière augmente avec la durée de séjour dans le broyeur.

La cinétique est une combinaison des deux paramètres fonctions b_i et de sélection et permet de suivre la quantité de matière en mouvement durant le processus de broyage et nous avons pu déterminer les facteurs influençant la cinétique de broyage

- **Le ralentissement de la cinétique** peut être la conséquence de :

- La production de fines particules qui par un effet d'amortissement réduit la vitesse de broyage des particules grossières.
- La production de fines peut changer le mécanisme de l'action du broyeur, en diminuant l'action de cascade.
- L'existence de deux phases, une phase friable facile à broyer (fraction grossière) et une autre phase dure (fraction fine) qui se broie plus lentement.

- **L'accélération de la cinétique**

Peut être la conséquence de :

- Un composant plus dur peut être libéré et celui-ci aide à broyer le matériau plus friable.
- L'efficacité du broyeur peut augmenter comme résultat de l'augmentation de la quantité définie.

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Notre étude, a porté sur la modélisation de la fonction de broyage, du minerai de phosphate beige de Kef Es Snnoun, par une variation du temps de broyage, pour déterminer l'influence de cette variation sur les fonctions (S_i, b_i).

Les résultats des analyses granulométriques par tamisage, obtenus pour le minerai de phosphate brut, ont montré que plus de 14 % de la masse initiale avant broyage de l'échantillon est présente dans la classe granulométrique de 0.5-1 mm constituant la fraction grossière. Par contre après broyage cette classe ne représente plus que 0.9 % ce changement s'explique par l'efficacité de broyage et la formation de fraction fine et qui représente la phase majeure.

Le broyage de manière générale, a pour but de réduire la taille des grains, et de permettre à l'élément précieux d'être libéré, nous avons suivi les changements de composition chimiques, qui se produisent durant le processus de fragmentation, et pour y parvenir nous avons fait subir aux échantillons un broyage à l'aide du broyeur RM-200 pour analyse chimique.

D'après les résultats d'analyse chimique obtenus, l'évolution des compositions varie pour chaque composé et pour chaque fraction, pour le P_2O_5 , la concentration augmente dans les fractions fines, nous trouvons les teneurs les plus importantes dans la fraction 0.08-0.1, appelé la fraction noble, tandis que pour le MgO , les teneurs les plus importantes se trouvent dans les fractions grossières,

La modélisation de la fonction broyage et de la sélection, ont montré que la variation du temps de broyage, joue un rôle important dans les variations de la cinétique de broyage, nous avons remarqué une diminution importante de la fonction de broyage b_i pour les fractions fines $<0.1\text{mm}$ et en même temps une fluctuation pour les fractions $>0.1\text{mm}$; ces résultats peuvent s'expliquer par une diminution de l'apport de matière pour les fractions fines, tandis que la fluctuation du b_i des fractions grossières s'explique par un bilan d'échange de matière, chaque classe est alimentée par la classe supérieure et alimente en même temps les classes inférieures.

Les résultats obtenus pour la fonction de sélection, qui a pour but de suivre l'évolution du taux de broyage par unité de temps, montre une nette augmentation des valeurs des particules fines alimentées par les fractions supérieures.

La cinétique de broyage est une combinaison entre le taux de broyage (fonction S) et de la fonction de broyage b , les valeurs de dmt/dt obtenus pour les fractions grossières montrent une nette diminution qui s'explique par le broyage de la matière et l'alimentation de classes inférieures, pour les fractions intermédiaires, on remarque une augmentation passant de valeurs négatives (pertes de masse) à une valeur proche de zéro qui s'explique par un équilibre entre quantité de masse perdue (alimentation de classes inférieures) et quantité de matière reçue (alimentation de classes supérieures), pour les fractions fines on remarque une diminution qui s'explique par le fait que l'apport de matière est plus important au début du broyage (forte broyabilité de la matière) et la diminution est dû à l'épuisement de matière des fractions supérieures.

On conclut que la cinétique de broyage dépend en plus du temps de broyage, de la broyabilité du produit.

Références bibliographiques

- [01] **S.MAHFOUFI** ; Mémoire Conception d'une base de données sur le minerai de phosphate Application au minerai de phosphate de djebel Onk Tébessa. Univ- Bejaia 2014
- [02] **N.BEZZI** ; gestion de la qualité et valorisation des minerais de phosphate de bled el Hadba, Djebel Onk – Tébessa. Univ- Bejaia 2005
- [03] **H.BOULAHBEL** ; Etude de la réaction de formation du superphosphate simple fabrique à partir des phosphates de Djebel Onk. Univ Annaba 2010
- [04] **M.DASSAMIOUR** ; Eléments en traces et valorisation des minerais de phosphate du gisement de Kef Es Sénou - Dj. Onk (Algérie Orientale) Univ- Annaba, thèse ; 2012.
- [05] **R.Kechiched** ; Typologie géochimique et géostatique des minerais de phosphates du gisement de Bled El Hadba- Djebel Onk (Algérie Orientale).Mémoire de Magistère, univ .Annaba, Algérie. (2011)
- [06]: Rapport d'étude 2015 (SOMIPHOS).
- [07] **A. Subramani**; adsorption of organique pollutant onto naturel adsorbent » Testis of Master, university of Mississippi state, (2002)
- [08]: **BRGM SONERMINES** : études du développement du gisement de de Kef Es Sennoun, rapport de 1997
- [09] **N.BEZZI, D.MERABET et J.Y.PIVAN**; Etude comparative des minerais de phosphate noir (Djemi –Djema) et beige (Kef Es Sennon) – Djebel Onk, Algérie, Technique de l'Industrie Minérale, N°19-1296-2981, (2003)
- [10] **N. BENABDSLAM** ; Influence de la composition chimique et minéralogique du phosphate noir de Djebel Onk (Tébessa) sur le procédé de traitement, thèse de Magister, université Abderrahmane Mira de Bejaia.2001
- [11] **M.HAMMOUCHE, S.IFFOUZAR** ; 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
- [12] **BUREAU D'ETUDE FERPHOS** : Résultats chimiques des échantillons spéciaux du 08/11/2009

- [13] **F.Albera et A. Broussaud** ; La modélisation du broyage en minéralurgie inventaire des modèles développés, confrontation avec les performances d'installations réelles, critères de sélection thèse 1986.
- [14] **L.CLERC**; Broyage ultrafin de carbonates naturels para métrisation, modélisation et conséquences physico-chimiques, thèse.1992
- [15] **Bond, F.C**; Crushing and grinding calculations. Min. Eng. Trans AIME, 1961, vol.193, p.484-494. .
- [16] **Gam mage. R.B, Glasson, D.R**; The effect of grinding on the polymorphs of CaCO_3 . J.Coll.Interface Sei., 1976.
- [17]**Martinez. G, Morales J.J, Munuera. G**; grinding induced structural transformations in CaCO_3 . J.Coll.Interface Sei., 1981.
- [18] **Tkacova. K, Stevulova. N**; Change in structure and enthalpy of carbonates and quartz accompanying grinding in air and aqueous environments. Powder Technology, 1987.
- [19] **Lin, I.J.; Somasundaran, P**; Alteration in properties of samples during their preparation by grinding. PowderoTechnology, 1972.
- [20]**Pierre Bazy et El-Aidjdid**; « Technique de L'Ingénieur »Technologie de Fragmentation A5 060-5

..

Protocoles expérimentaux conventionnel, utilisant les méthodes mécaniques et chimiques courantes ainsi que les techniques instrumentales

Nous allons, dans cette annexe, développer les principaux modes opératoires concernant les analyses chimiques classiques, mécaniques courantes et les techniques instrumentales modernes, nécessaires au contrôle de qualité du minerai de phosphate beige de Djebel Onk (Kef Es Sennoun)

I. Méthodes d'analyses :

I.1. Quartage : la loi de Réchards

$$Q \geq kd^2$$

$$Q \geq 0.4 \text{ kg}$$

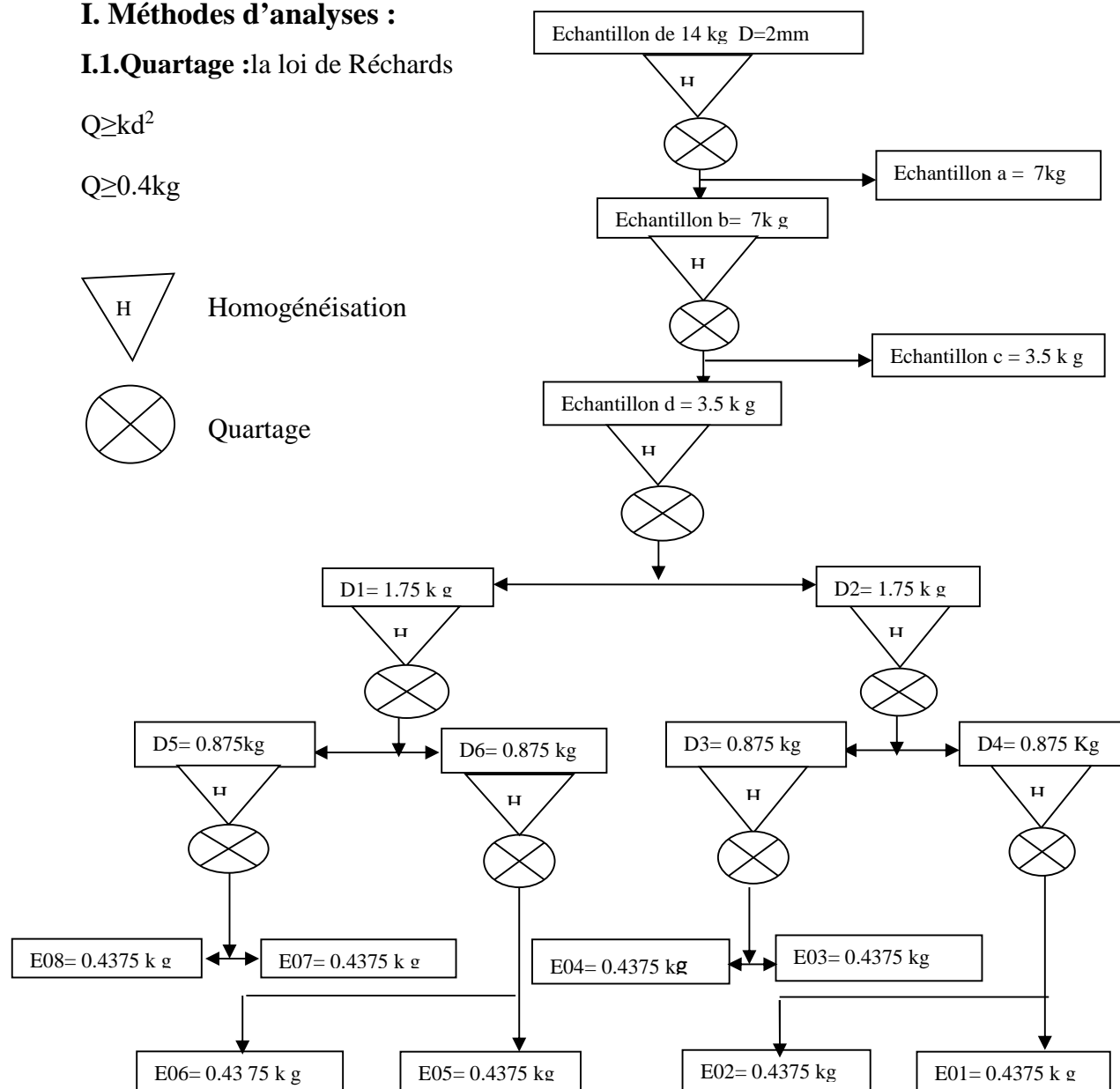
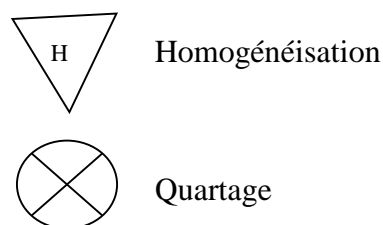


Figure 01:Schéma de quartage

I.2.méthode d'analyse granulométrique :**a- Evolution de % de passant cumulatif en fonction du temps de broyage****Tableau 01 : résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon E01 avant broyage**

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
1	18,70	4,35	4,35	95,65
0,8	3,86	0,90	5,25	94,75
0,5	37,70	8,78	14,03	85,97
0,1	313,50	73	87,03	12,97
0,08	16,60	3,87	90,90	9,10
<0,08	39,10	9,10	100	0
totale	429,46	100	/	/

Tableau02 : résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon E02 avant broyage

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
1	19,60	4,53	4,53	95,47
0,8	4,50	1,04	5,57	94,43
0,5	37,30	8,62	14,20	85,80
0,1	309,60	71,58	85,78	14,22
0,08	16,20	3,75	89,53	10,47
<0,08	45,30	10,47	100	0
totale	432,50	100	/	/

Tableau 03 : résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon E03 avant broyage

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
1	19,60	4,498	4,50	95,50
0,8	3,90	0,89	5,39	94,61
0,5	38,70	8,88	14,27	85,73
0,1	316,70	72,67	86,94	13,06
0,08	16,80	3,85	90,80	9,20
<0,08	40,10	9,20	100	0
totale	435,80	100	/	/

Tableau 04 : résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon E04 avant broyage

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
1	14,60	3,51	3,51	96,49
0,8	2,90	0,70	4,21	95,79
0,5	30,90	7,44	11,65	88,35
0,1	301,00	72,43	84,07	15,93
0,08	21,30	5,13	89,20	10,80
<0,08	44,90	10,80	100	0
totale	415,60	100	/	/

Tableau 05 : résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon E05 avant broyage

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
1	1,30	0,30	0,30	99,70
0,8	1,00	0,23	0,54	99,46
0,5	3,90	0,91	1,45	98,55
0,1	271,40	63,28	64,72	35,28
0,08	26,20	6,11	70,84	29,17
<0,08	125,10	29,17	100	0
totale	428,90	100	/	/

Tableau 06 : résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon E01 après broyage(5min)

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
1	20,20	4,90	4,90	95,10
0,8	7,30	1,77	6,67	93,33
0,5	36,80	8,93	15,60	84,37
0,1	295,30	71,66	87,26	12,74
0,08	16,50	4,00	91,26	8,74
<0,08	36,00	8,74	100	0
totale	412,10	100	/	/

Tableau 07 : résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon E02 après broyage(10 min)

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
1	3,10	0,71	0,71	99,29
0,8	0,70	0,16	0,87	99,13
0,5	1,30	0,30	1,17	98,83
0,1	241,50	55,42	56,59	43,41
0,08	26,40	6,06	62,64	37,36
<0,08	162,80	37,36	100	0
totale	435,80	100	/	/

Tableau 08 : résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon E03 après broyage (15 min)

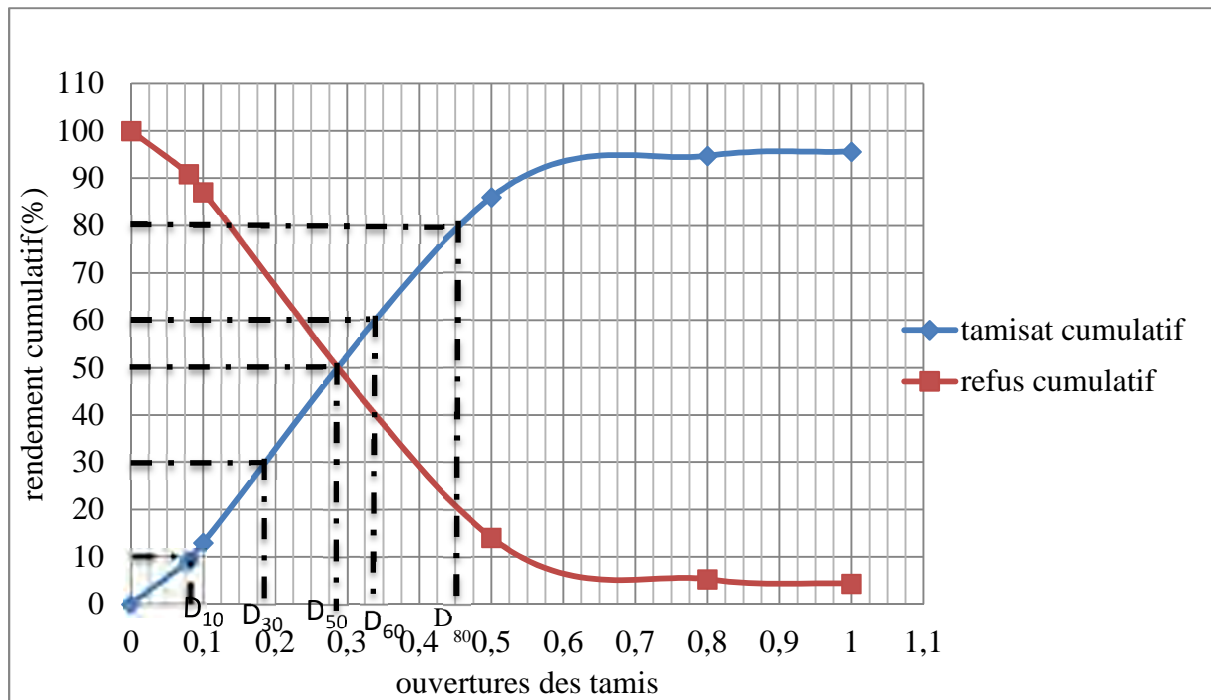
Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
1	1,80	0,46	0,46	99,55
0,8	0,40	0,10	0,56	99,44
0,5	3,70	0,94	1,49	98,51
0,1	199,00	50,35	51,85	48,15
0,08	33,10	8,38	60,22	39,78
<0,08	157,20	39,78	100	0
totale	395,20	100	/	/

Tableau 09 : résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon E04 après broyage (20 min)

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
1	0,8	0,19	99,81	99,81
0,8	1,1	0,26	99,56	99,56
0,5	3,6	0,84	98,72	98,72
0,1	260,1	60,35	38,38	38,38
0,08	25,8	5,99	32,39	32,39
<0,08	139,6	32,39	0	0
totale	431g	100%	/	/

Tableau 10 : résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon E05 après broyage (25 min)

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
1	2,40	0,59	0,59	99,41
0,8	0,20	0,05	0,64	99,36
0,5	3,50	0,86	1,50	98,50
0,1	188,80	46,40	47,90	52,10
0,08	36,60	8,99	56,89	43,11
<0,08	175,40	43,11	100	0
totale	406,90	100	/	/



Figure(02) : courbe granulométrique E01

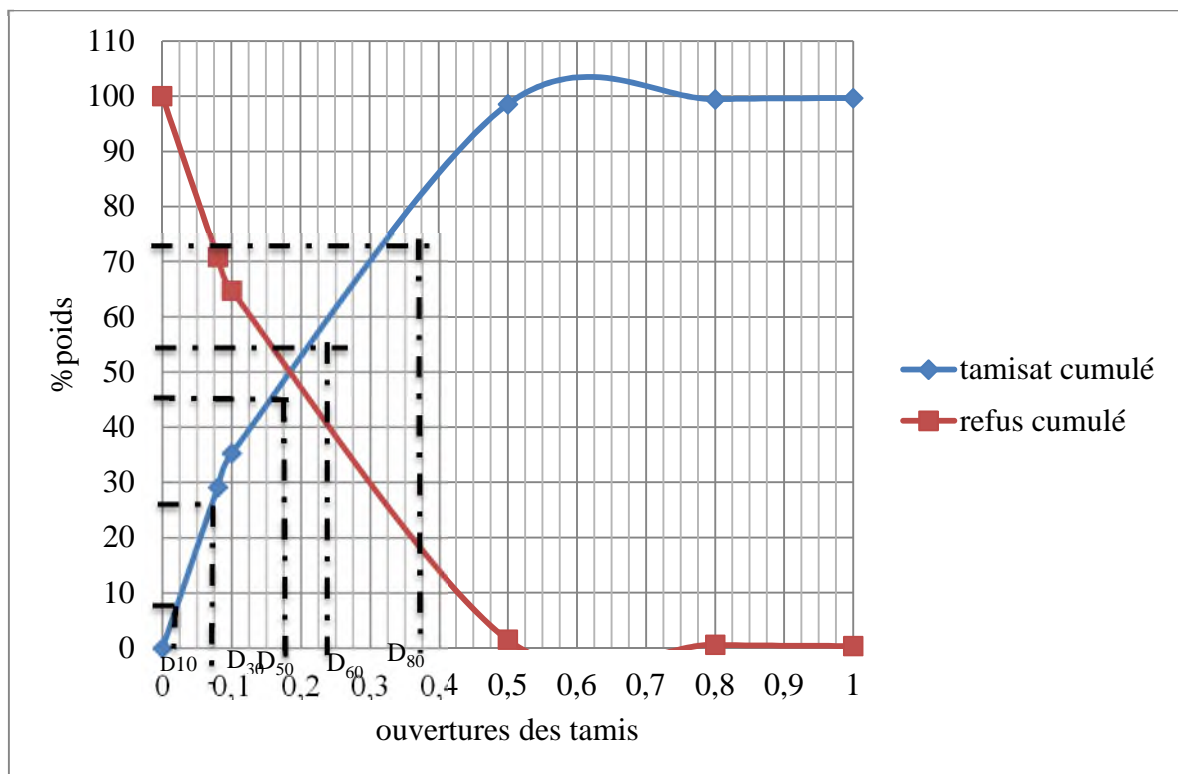


Figure (03) : courbe granulométrique E01 après broyage (5min)

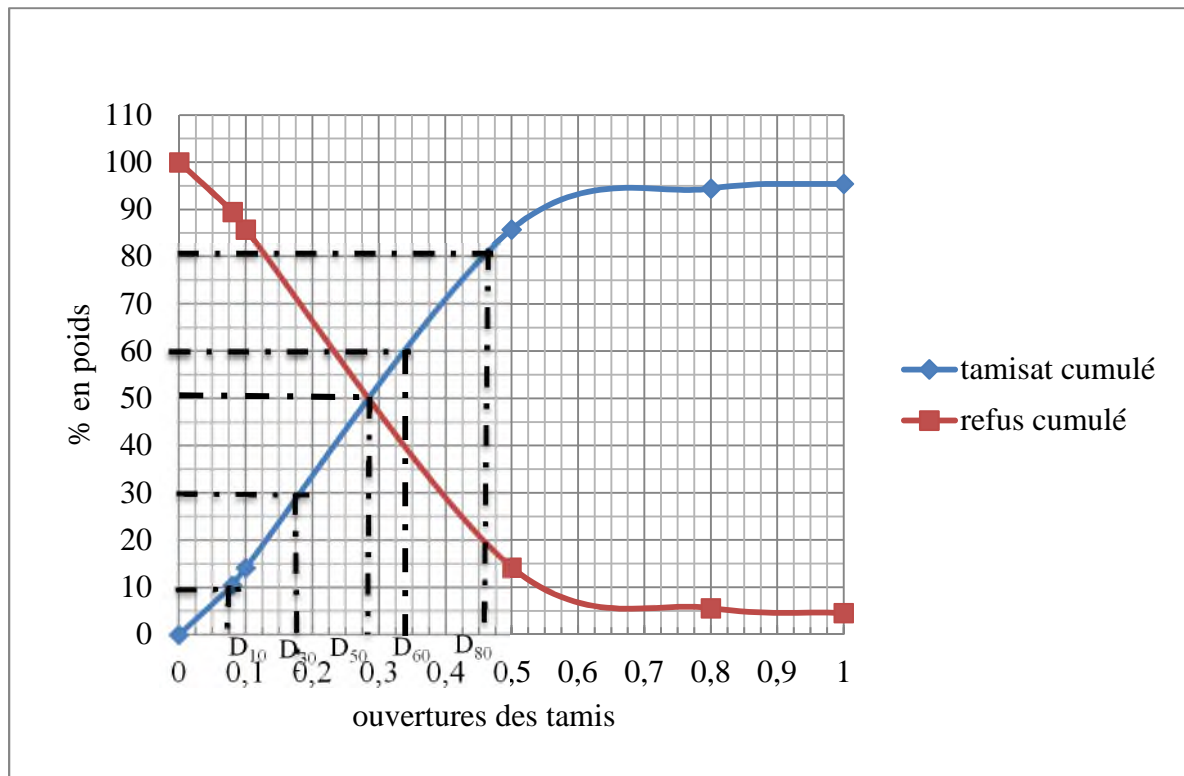
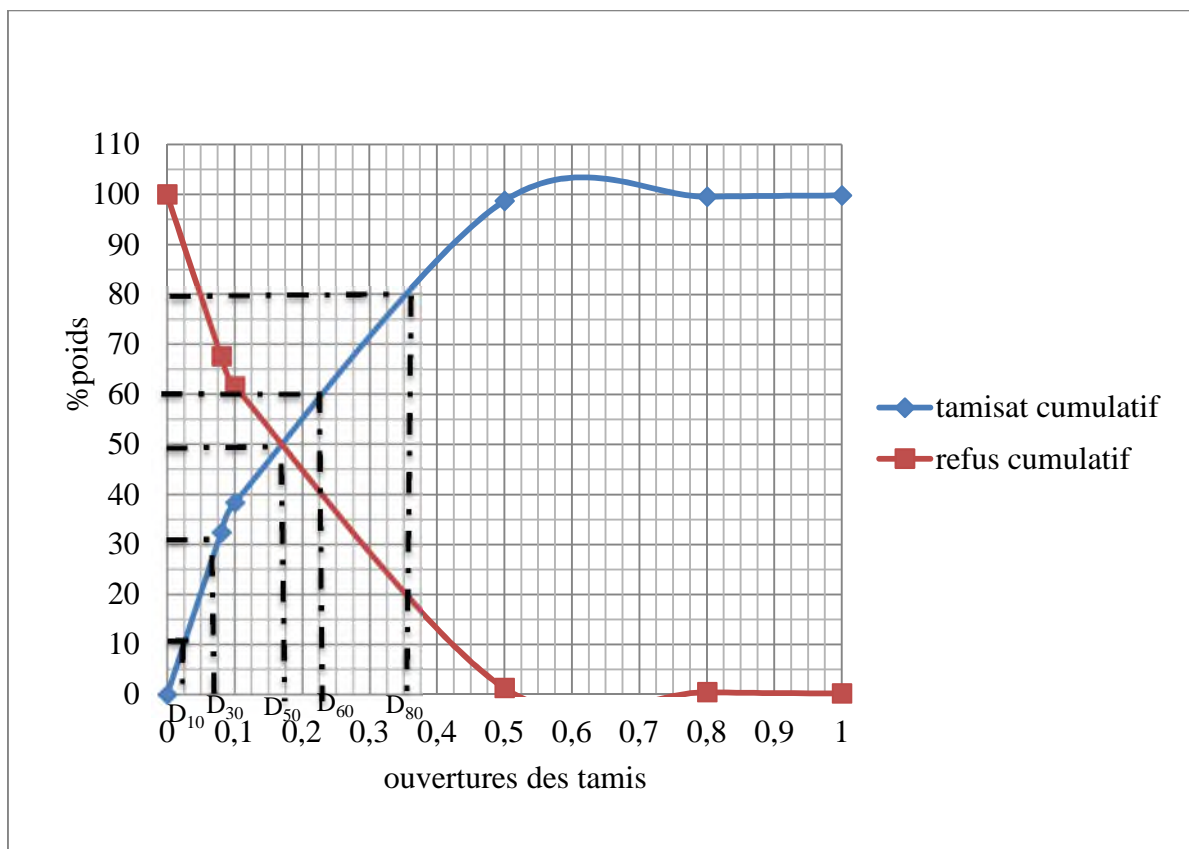


Figure (04): courbe granulométrique E02



Figure(05) : courbe granulométrique E02 après broyage (10 min)

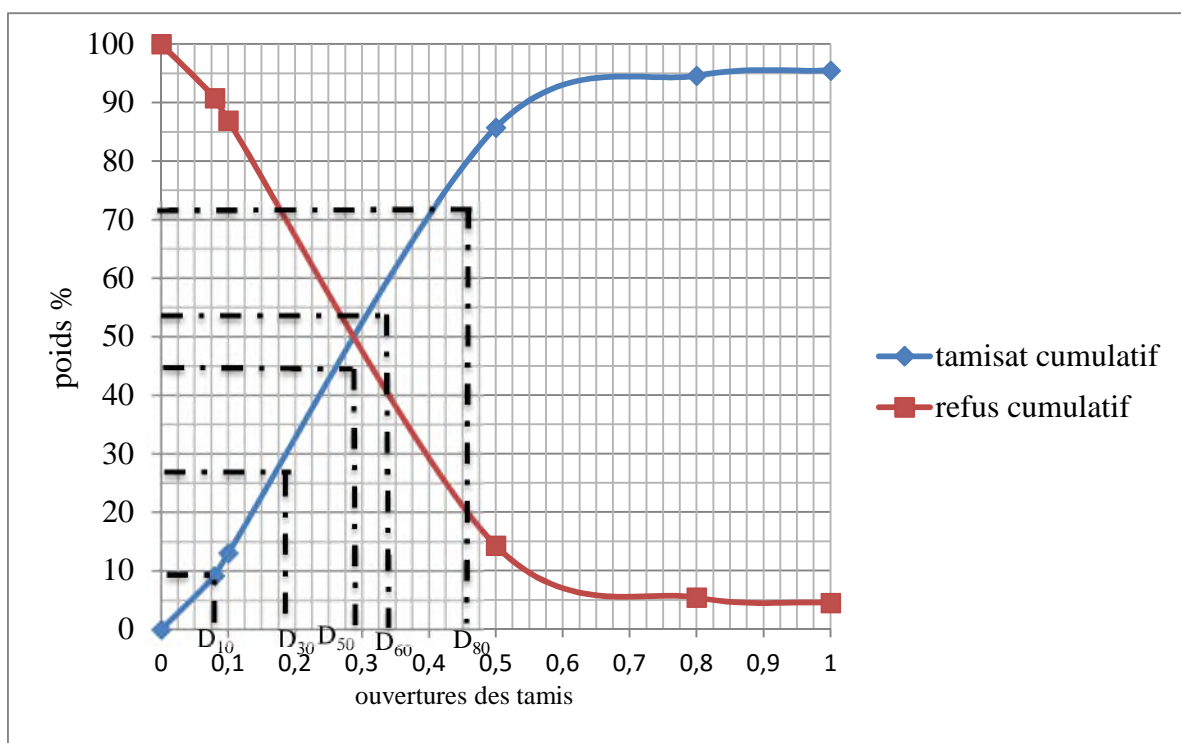


Figure (06) : courbe granulométrique E03

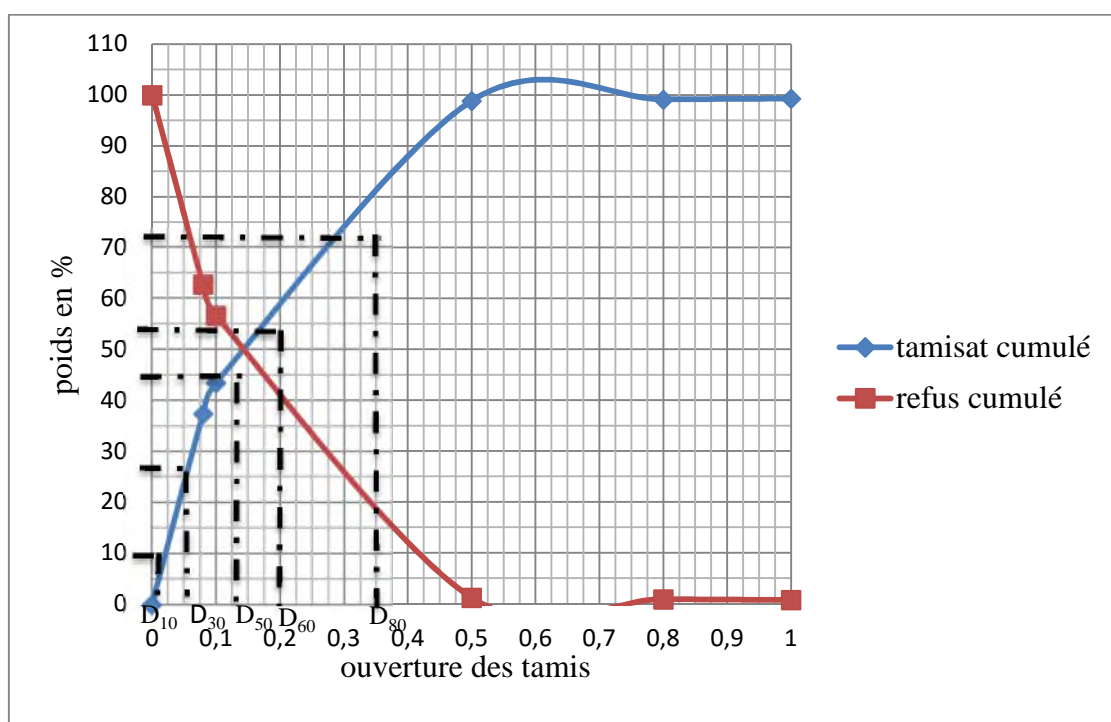
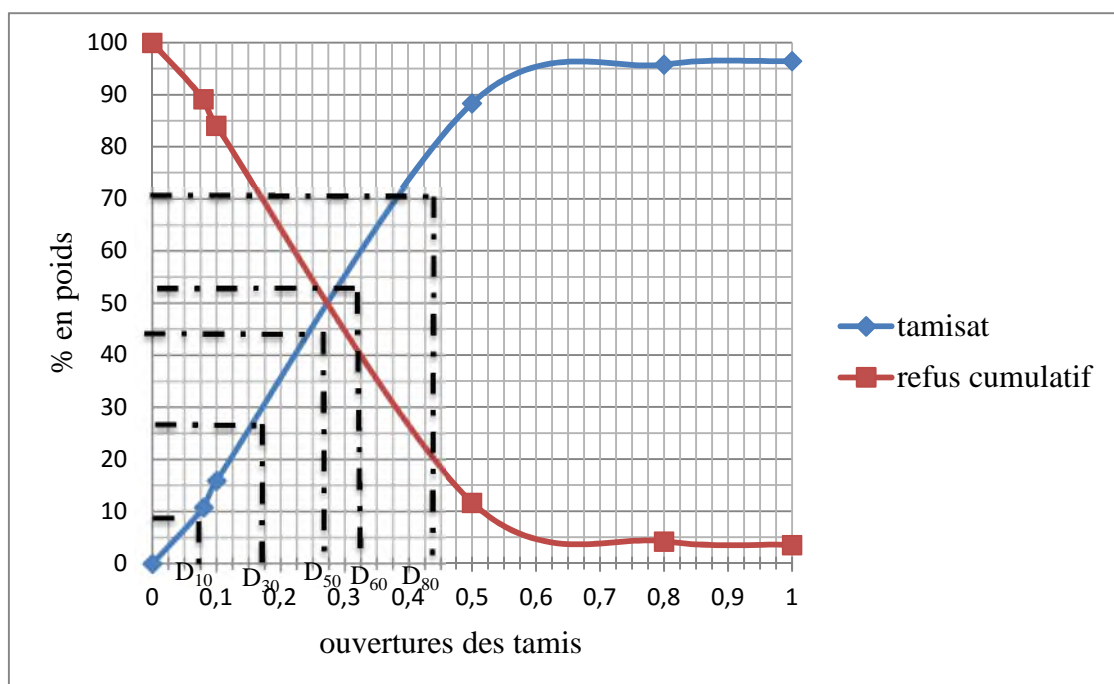
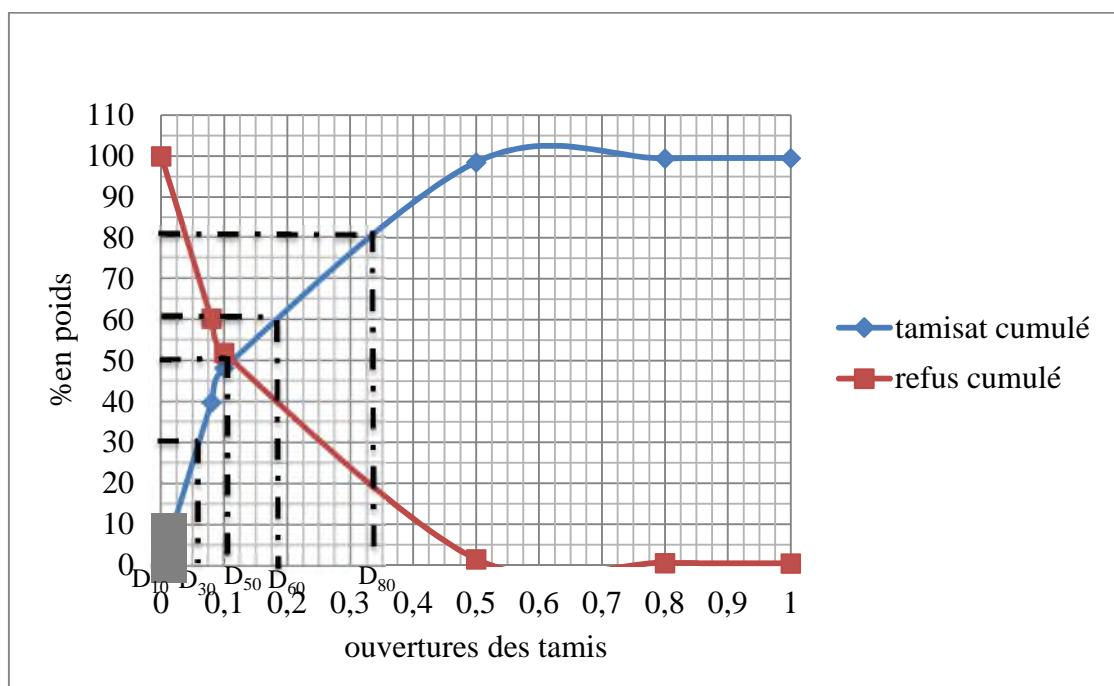


Figure (07) : courbe granulométrique E03 après broyage (15 min)

**Figure (08) : courbe granulométrique E04****Figure (09) : courbe granulométrique E04 après broyage (20 min)**

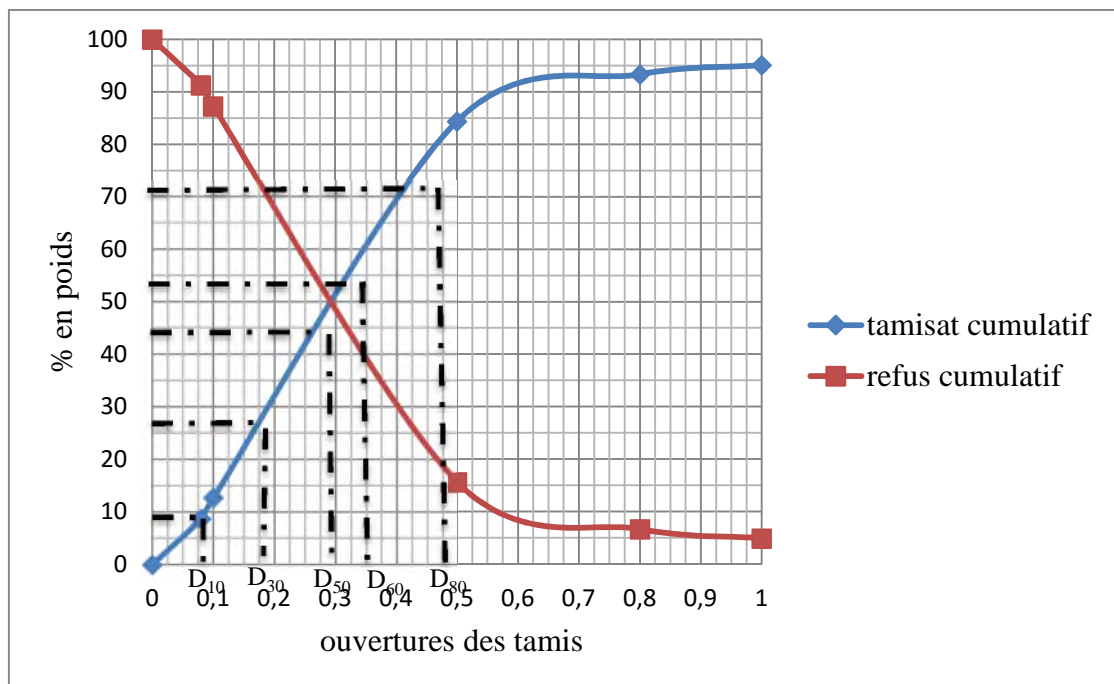


Figure (10) : courbe granulométrique E05

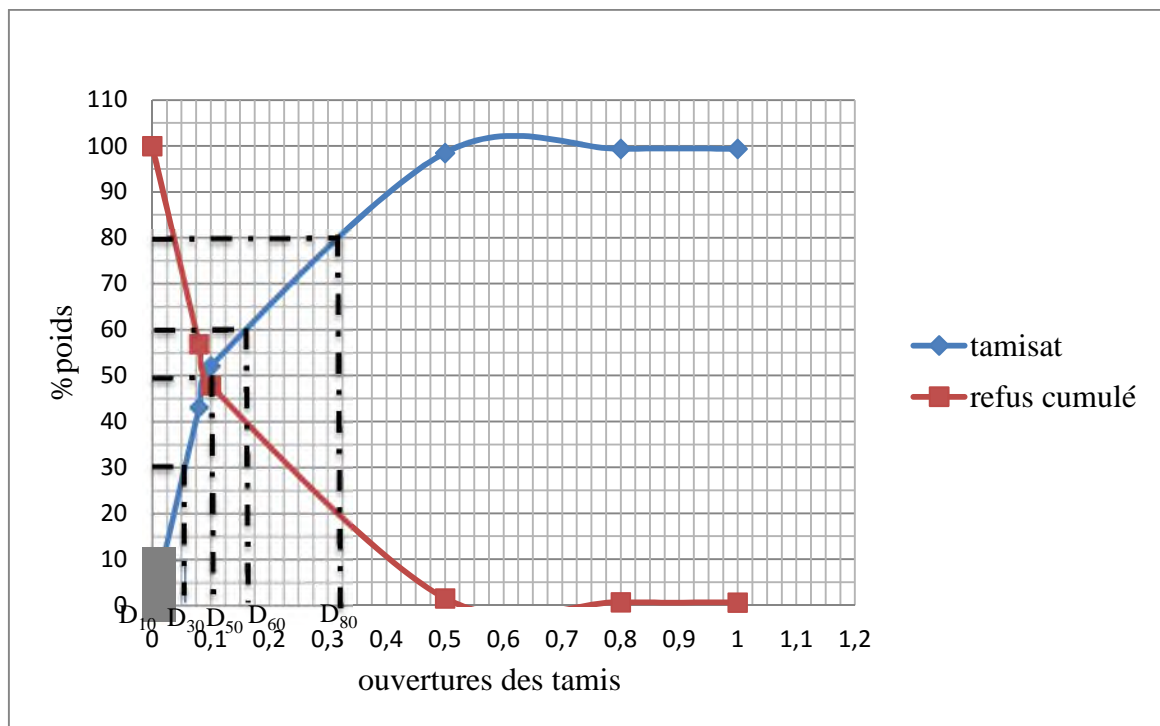


Figure (11) : courbe granulométrique E05 après broyage (25min)

b-Evolution des coefficients granulométriques (Cc, Cu), de D₈₀ et du rapport de réduction (R) en fonction du temps de broyage

Tableau 11: résultat de calcul du rapport de réduction d'après les diamètres caractéristiques de l'échantillon E01

E01	D₁₀	D₃₀	D₅₀	D₆₀	D₈₀	Cc	Cu	R
Avant broyage	0,08	0,19	0,29	0,34	0,45	1,33	4,25	1,25
Après broyage	0,025	0,08	0,18	0,24	0,36	1,07	9,6	

Tableau 12: résultat de calcul du rapport de réduction d'après les diamètres caractéristiques de l'échantillon E02

E02	D₁₀	D₃₀	D₅₀	D₆₀	D₈₀	Cc	Cu	R
Avant broyage	0,08	0,18	0,29	0,35	0,45	1,16	4,38	1,29
Après broyage	0,03	0,08	0,16	0,23	0,35	1,11	9,2	

Tableau 13: résultat de calcul du rapport de réduction d'après les diamètres caractéristiques de l'échantillon E03

E03	D₁₀	D₃₀	D₅₀	D₆₀	D₈₀	Cc	Cu	R
Avant broyage	0,08	0,19	0,29	0,34	0,45	1,32	4,25	1,32
Après broyage	0,025	0,06	0,14	0,21	0,34	0,69	8,4	

Tableau 13: résultat de calcul du rapport de réduction d'après les diamètres caractéristiques de l'échantillon E04

E04	D₁₀	D₃₀	D₅₀	D₆₀	D₈₀	Cc	Cu	R
Avant broyage	0,08	0,18	0,28	0,33	0,44	1,26	4,33	1,36
Après broyage	0,017	0,06	0,11	0,23	0,33	0,92	13,52	

Tableau 14: résultat de calcul du rapport de réduction d'après les diamètres caractéristiques de l'échantillon E05

E05	D ₁₀	D ₃₀	D ₅₀	D ₆₀	D ₈₀	Cc	Cu	R
Avant broyage	0,08	0,19	0,29	0,35	0,46	1,28	3,38	1,48
Après broyage	0,01	0,05	0,08	0,16	0,31	0,52	12,31	

c-Evolution des paramètres diamètre volume, diamètre surface volumique et surface spécifique

Tableau 15 : résultat de calcul de d_v et d_{sv} pour l'échantillon E01 après et avant broyage (5min)

Ouverture des tamis (mm)	di (mm)	Avant broyage			Après broyage		
		mi(g)	mi*di	mi/di	m(g)	mi*di	mi/di
1	1	18,70	18,70	18,7	1,30	1,30	1,30
0,8	0,9	3,86	3,47	4,29	1,00	0,90	1,11
0,5	0,65	37,70	24,51	58	3,90	2,54	6
0,1	0,3	313,50	94,05	1045	271,40	81,42	904,67
0,08	0,09	16,60	1,49	184,44	26,20	2,36	291,11
0	0,04	39,10	1,56	977,5	125,10	5,00	3127,5
total		429,46	143,79	2287,93	428,90	93,52	4331,69

Tableau 16 : résultat de calcul de d_v et d_{sv} pour l'échantillon E02 après et avant broyage (10 min)

Ouverture des tamis (mm)	di (mm)	Avant broyage			Après broyage		
		mi(g)	mi*di	mi/di	m(g)	mi*di	mi/di
1	1	19,60	19,60	19,6	0,80	0,80	0,8
0,8	0,9	4,50	4,05	5	1,10	0,99	1,22
0,5	0,65	37,30	24,25	57,38	3,60	2,34	5,54
0,1	0,3	309,60	92,88	1032	260,10	78,03	867
0,08	0,09	16,20	1,46	180	25,80	2,32	286,67
0	0,04	45,30	1,81	1132,5	139,60	5,58	3490
total		432,50	144,05	2426,48	431,00	90,07	4651,23

Tableau 17 : résultat de calcul de d_v et d_{sv} pour l'échantillon E03 après et avant broyage (20min)

Ouverture des tamis (mm)	di (mm)	Avant broyage			Après broyage		
		mi(g)	mi*di	mi/di	m(g)	mi*di	mi/di
1	1	19,60	19,60	19,6	3,10	3,10	3,1
0,8	0,9	3,90	3,51	4,33	0,70	0,63	0,78

0,5	0,65	38,70	25,16	59,54	1,30	0,85	2
0,1	0,3	316,70	95,01	1055,67	241,50	72,45	805
0,08	0,09	16,80	1,51	186,67	26,40	2,38	293,33
0	0,04	40,10	1,60	1002,5	162,80	6,51	4070
total		435,80	146,39	2328,31	435,80	85,91	5174,21

Tableau 18 : résultat de calcul de dv et dsv pour l'échantillon E04 après et avant broyage (25min)

Ouverture des tamis (mm)	di (mm)	Avant broyage			Après broyage		
		mi(g)	mi*di	mi/di	m(g)	mi*di	mi/di
1	1	14,60	14,60	14,6	1,80	1,80	1,8
0,8	0,9	2,90	2,61	3,22	0,40	0,10	0,44
0,5	0,65	30,90	20,09	47,54	3,70	0,94	5,70
0,1	0,3	301,00	90,30	1003,33	199,00	50,35	663,33
0,08	0,09	21,30	1,92	236,67	33,10	8,38	367,78
0	0,04	44,90	1,80	1122,5	157,20	39,78	3930
total		415,60	131,31	2427,86	395,20	101,34	4969,05

Tableau 19: résultat de calcul de dv et dsv pour l'échantillon E05 après et avant broyage (25 min)

Ouverture des tamis (mm)	di (mm)	Avant broyage			Après broyage		
		mi(g)	mi*di	mi/di	m(g)	mi*di	mi/di
1	1	20,20	20,20	20,2	2,40	2,40	2,4
0,8	0,9	7,30	6,57	8,11	0,20	0,18	0,22
0,5	0,65	36,80	23,92	56,62	3,50	2,28	5,38
0,1	0,3	295,30	88,59	984,33	188,80	56,64	629,33
0,08	0,09	16,50	1,49	183,33	36,60	3,29	406,67
0	0,04	36,00	1,44	900	175,40	7,02	4385
total		412,10	142,21	2152,60	406,90	71,81	5429,01

Tableau 20: résultat de calcul de la surface spécifique

Temps (min)	Broyage	dv	dsv	S0	Δs
5'	avant	0,33	0,19	31,96	28,63
	après	0,22	0,10	60,58	
10'	avant	0,33	0,18	33,66	31,089
	après	0,21	0,09	64,75	
15'	avant	0,34	0,19	32,06	39,18
	après	0,20	0,08	71,24	
20'	avant	0,32	0,17	35,05	40,39
	après	0,26	0,08	75,44	
25'	avant	0,35	0,19	31,34	48,71

	après	0,18	0,07	80,05	
--	-------	------	------	-------	--

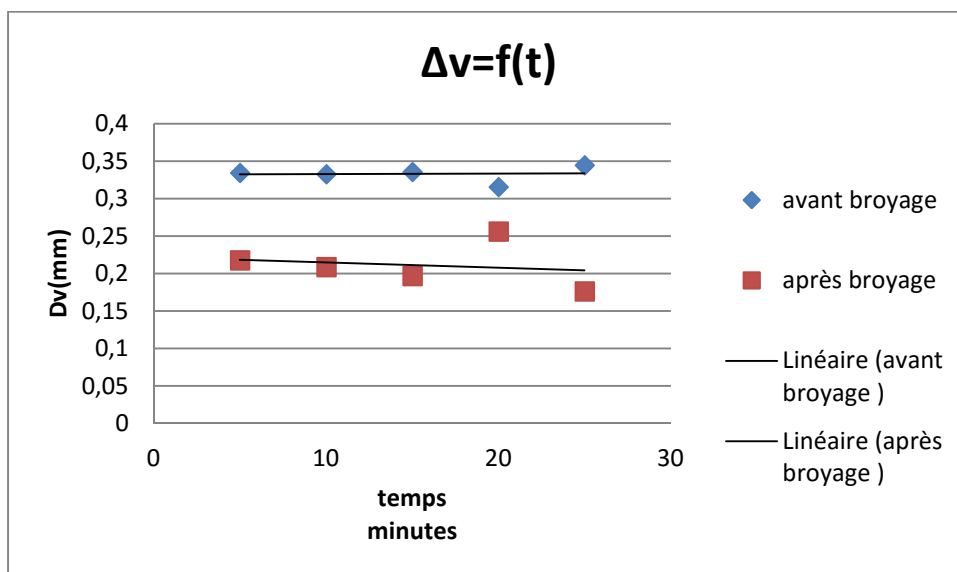


Figure 12 : courbe de variation Δv en fonction du temps

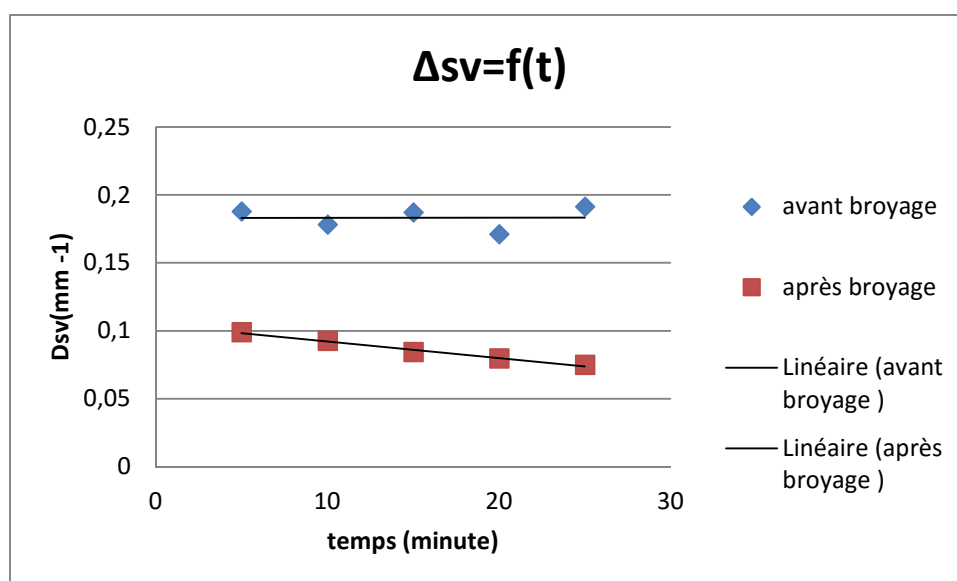


Figure 13 : courbe de variation Δsv en fonction du temps

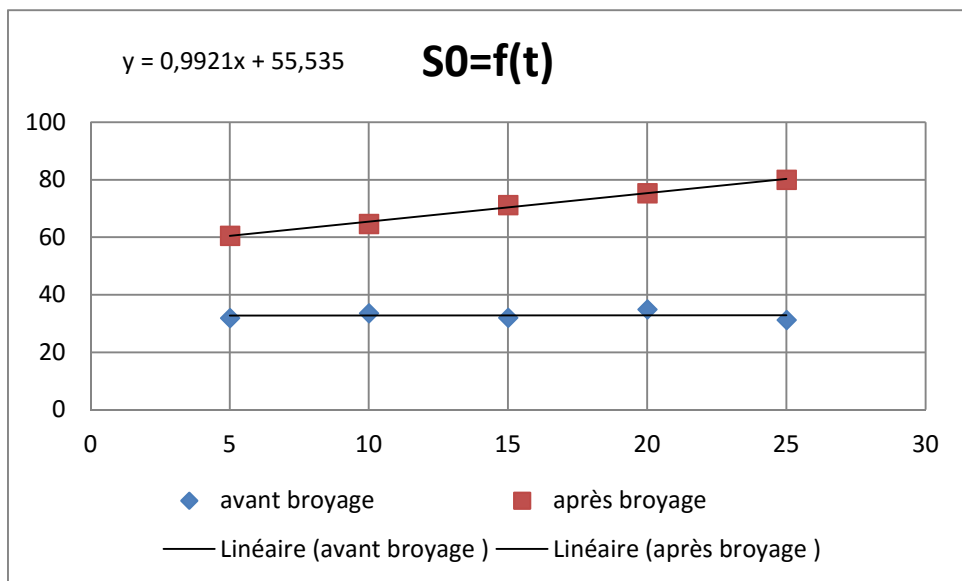


Figure 14 : courbe de variation de S_0 en fonction du temps

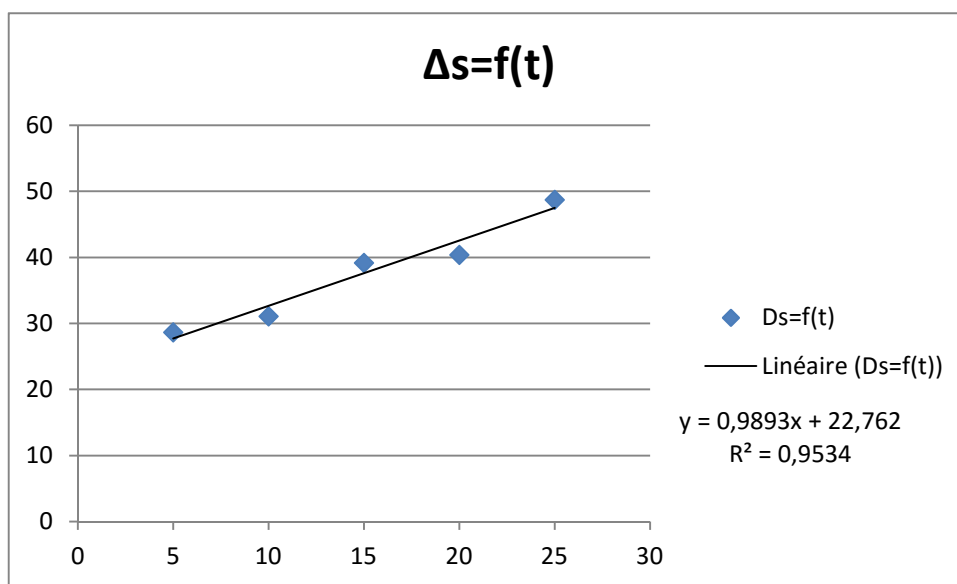


Figure 15 : courbe de variation de la surface spécifique en fonction de temps

d-Evolution d'énergie consommé

Tableau 21: résultat de calcul de d'énergie consommé

Temps de broyage (minute)	Echantillon	Energie (w/t)
5'	E1	44,43
10'	E2	152,71
15'	E3	231,63
20'	E4	285,89
25'	E5	450,38

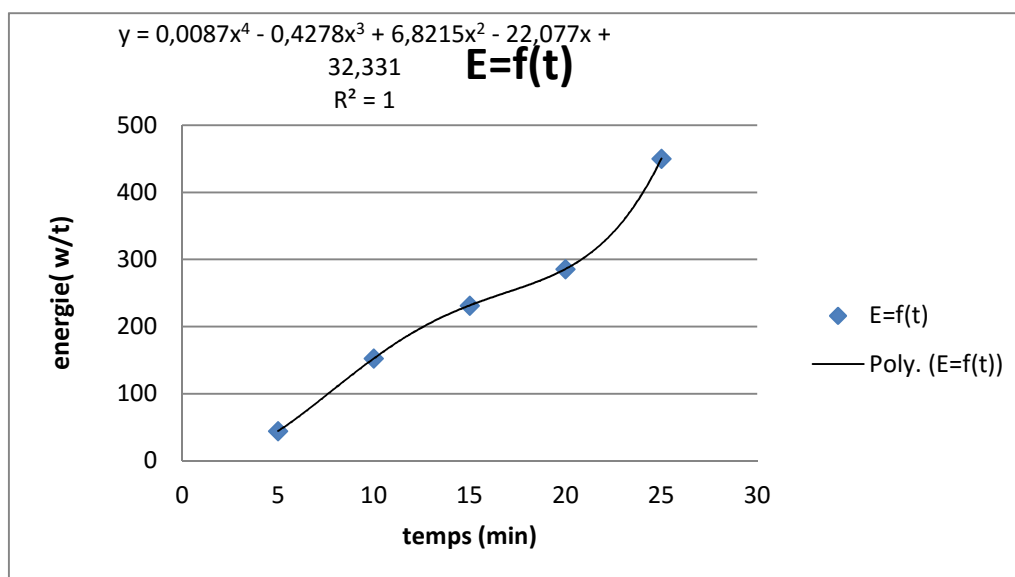


Figure 16: courbe de variation d'énergie consommée en fonction du temps

I.3. Méthodes d'analyses chimiques :

Au labo Chimie nous avons effectué les analyses chimiques, des éléments importants.

I.3.1. Attaque perchlorique

Au labo chimie 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 sulfonitrique applicable à la méthode gravimétrique du P_2O_5



Figure 17 : préparation de la solution pour l'analyse

◆ 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.

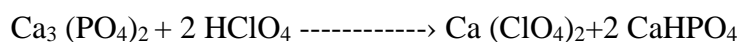
◆ Réactifs :

Acide perchlorique pur pour analyse $d = 1,62$; 70% en poids.

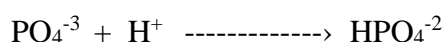
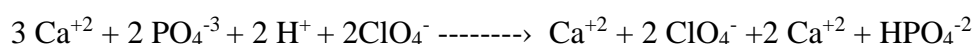
♦ Mode opératoire :

- Peser 01 g d'échantillon finement moulu ou non séché dans un Becher de 250 ml ;
- Verser quelque ml de H₂O 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 premier ml du filtrat et recueillir dans un flacon sec.

La réaction d'attaque pour le phosphate naturel est :



La réaction ionique est :



A. Dosage du P₂O₅ par la méthode spectrophotométrie automatique (Auto analyseur Technico)

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

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

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

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

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

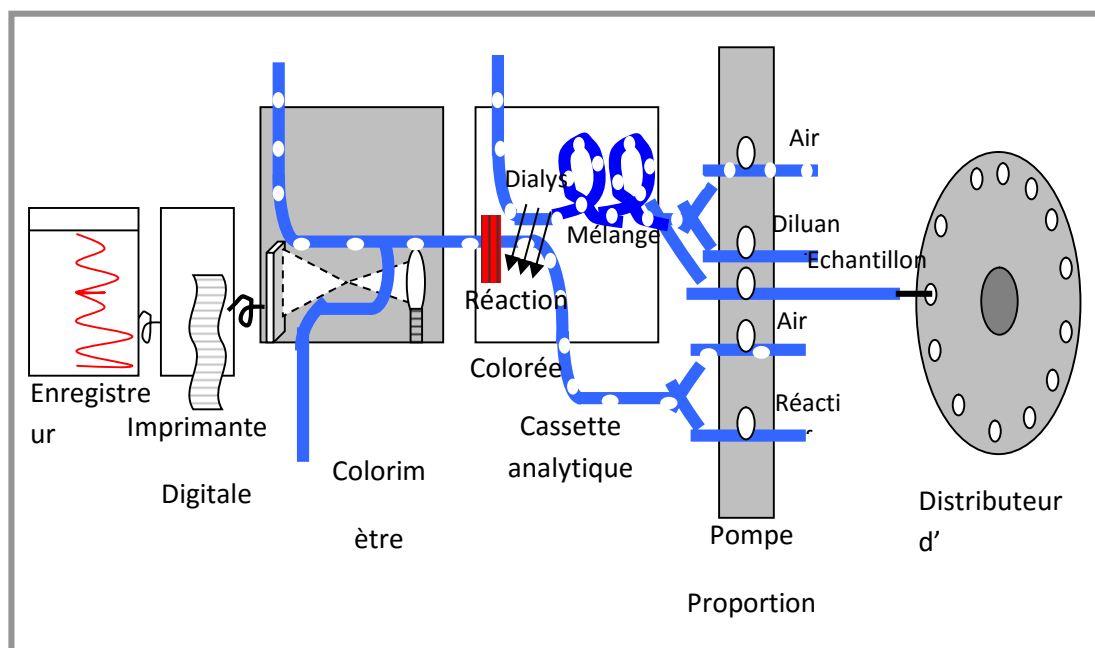


Figure 18: Schéma d'auto analyseur.

◆ Principe :

- Formation d'un complexe jaune entre les ions phosphoriques vanadiquesmolybdiques ;
- Détermination spectrophotométrie automatique à l'aide de l'auto analyseur Technico.

◆ Attaque

Attaque perchlorique.

♦ Réactifs :

- 1) Acide nitrique $\text{HNO}_3 = 1.38 \text{ mg/ml}$ ($d = 1.38$, 65% en poids) ;
- 2) Acide perchlorique $\text{HClO}_4 = 1.61 \text{ mg/ml}$ ($d = 1.61$, 70% en poids) ;
- 3) Réactif van ado-molybdique.

♦ Préparation de la solution étalons d'anhydride phosphorique

- Solution mère de concentration 10 mg/ml en P_2O_5

Préparer la solution étalon mère à partir de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (phosphate monoammonique) où KH_2PO_4 (phosphate mono potassique) sécher à 105°C pendant 2heures.

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

- Solutions étalons filles

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

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

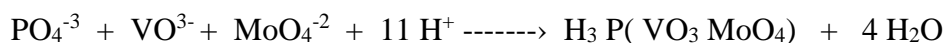
Dans toutes les fioles ajouter 15ml d'acide nitrique, compléter le volume au trait de jauge avec de l'eau distillée, homogénéiser. Elles correspondent selon l'attaque perchlorique à des teneurs en % P_2O_5 suivants : 5, 10, 15, 20, 25, 30 et 35%.

♦ Appareillage :

- Matériel courant de laboratoire ;
- Auto Analyseur TECHNICON, équipé d'un manifold pour le dosage de l'anhydride phosphorique (Figure II.1) et muni d'un filtre à de 430 nm.

Faire passer les solutions étalons et les solutions analyses dans l'appareil et déterminer les concentrations en % P_2O_5 en fonction des densités optiques pour une longueur d'onde à 430 nm.

Réaction de la formation du complexe phospho vanado molybdique est :

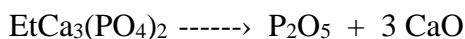


Le dosage du P_2O_5 nous permet de savoir la teneur du phosphate Tricalcique qui est le TPL (triple phosphate of lime) soit :

$$\%P_2O_5 * 2.185 = \%TPL$$

Tel que :

$$2.185 = Mm [Ca_3(PO_4)_2] / Mm [P_2O_5]$$



Pour l'essai(5 ml)

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

♦ Spectrométrie d'absorption atomique [6]

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 coefficients d'Einstein différents pour chaque niveau excité. Ces raies sont appelées raies de résonance bien que l'on réserve quelquefois cette appellation à la plus sensible d'entre elles.

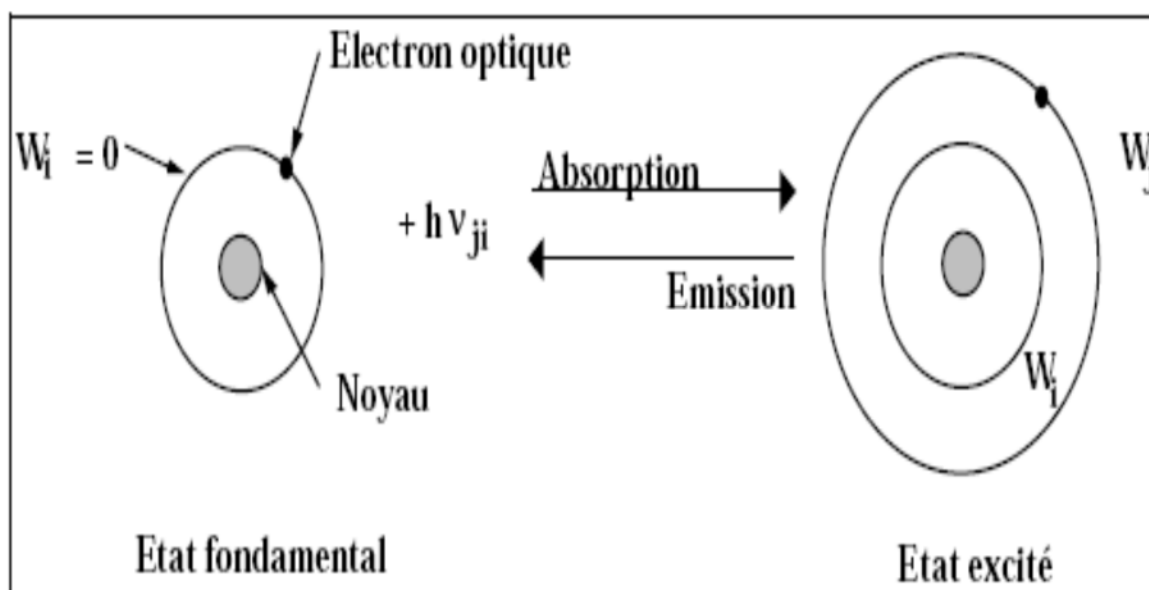


Figure 19 : Interaction rayonnement matière

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

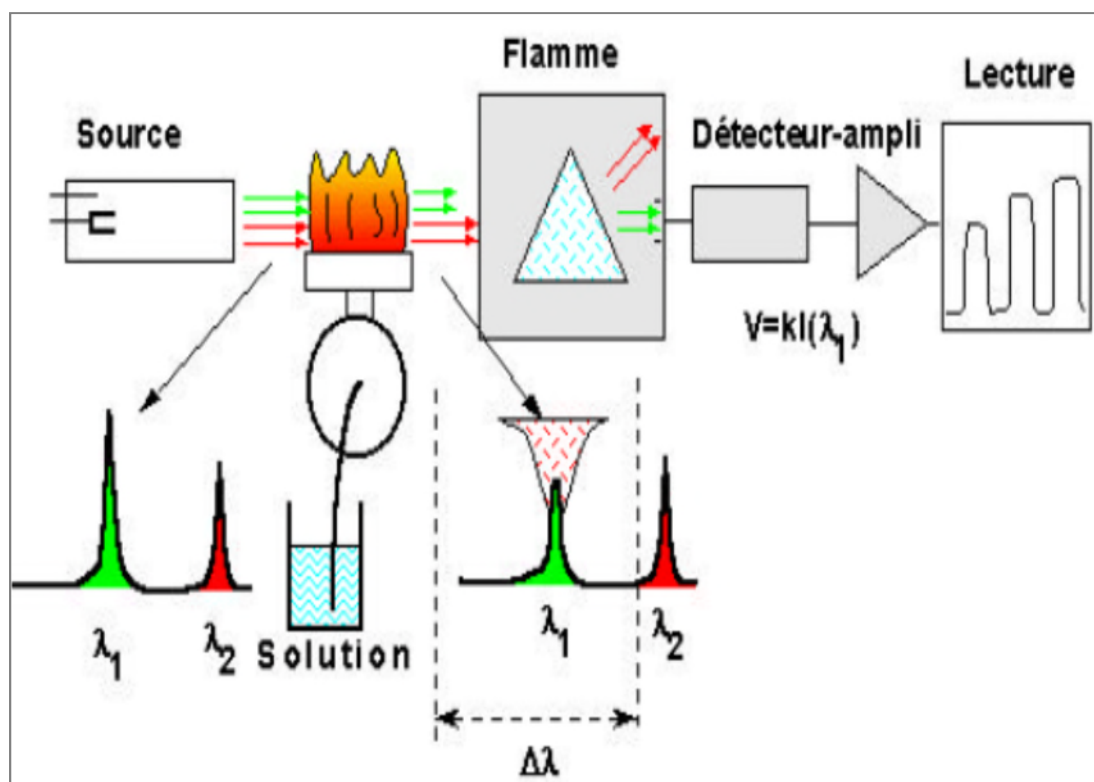


Figure 20 : Schéma de principe du spectrophotomètre d'absorption atomique

♦ **Principe :**

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

♦ **Réactifs :**

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

- Tampon spectrochimique au lanthane : Peser 58,64 g de (La_2O_3) et le dissoudre dans une fiole jaugée de un 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 1 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml de la solution fille puis 2 ml de 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 : 0.5 mg/l, 1 mg/l, 2 mg/l et 3 mg/l en magnésium.

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

♦ Appareillage :

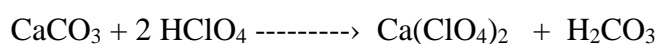
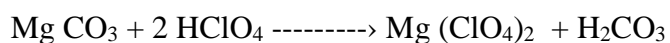
- Matériel courant de laboratoire
- Spectrophotomètre d'absorption atomique, muni d'une lampe à cathode creuse pour le dosage du magnésium et d'un brûleur air-acétylène. AAS3300
- Installation d'air comprimé.
- Acétylène.

♦ 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 :

$$\% \text{MgO} = \frac{C \cdot V_t \cdot 200 \cdot 100}{V_p \cdot E} = \frac{C \cdot 3,316}{V_p \cdot E}$$

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

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

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

V_P = Volume prélever pour l'essai (5ml).

C. Dosage de l'anhydride carbonique (Par Calcimètre de BERNARD) [7]

Un calcimètre permet de mesure le volume de CO_2 dégagé par action de l'acide chlorhydrique (HCl) sur le carbonate de calcium (CaCO_3) d'un échantillon de sol ou de roche.

♦ Principe :

Attaque du phosphate par l'acide chlorhydrique, en récipient fermé, mesure du volume gazeux dégagé.

Le dégagement éventuel d'hydrogène sulfuré est empêché par addition de sulfate de cuivre.

♦ Réactifs:

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

♦ Appareillage :

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

On peut fabriquer un calcimètre avec :

- Fiole d'attaque à fond plat , forme poire de 150ml .
- Tubes à hémolyse de 5ml .(65*13 mm).
- Billes de verre (diamètre 4mm).
- Thermomètre .
- Chronomètre.
- Pince en bois.
- Matériel courant.



Figure 21 : Schéma de Calcimètre de BERNARD

♦ **Mode opératoire**

- Peser une masse convenable d'échantillon broyé (en général 1g) ;
- 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:

- f coefficient de proportionnalité, calculé à partir de la température $t^{\circ}\text{C}$ et de la pression p mmHg à l'équilibre.

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 :

$$\% \text{CO}_2 = m/1000 * 100/E = 0,1 * m/E.$$

$$\% \text{CO}_2 = 0,1 * m / E = f * v / E$$

I.3.2. Evolution de la composition chimique :

a-Evolution de la teneur en P_2O_5 :

Tableau 22 : Variation de la teneur en P_2O_5 (en %) par fraction granulométrique en fonction du temps (t en min)

DIAMETRE (mm)	TEMPS (MINUTE)				
	5	10	15	20	25
1	21,44	24,01	21,78	23,98	24,5
0.8	/	/	/	/	/
0.5	25,05	24,12	30,06	24,25	28,26
0.1	30,23	30,2	23,42	29,72	29,66
0.08	26,43	27,35	27,28	27,54	24,94
<0.08	22,33	23,8	23,71	24,45	24,48

b-Evolution de la teneur en CO_2 :

Tableau 23 : Variation de la teneur en CO_2 (en %) par fraction granulométrique en fonction du temps

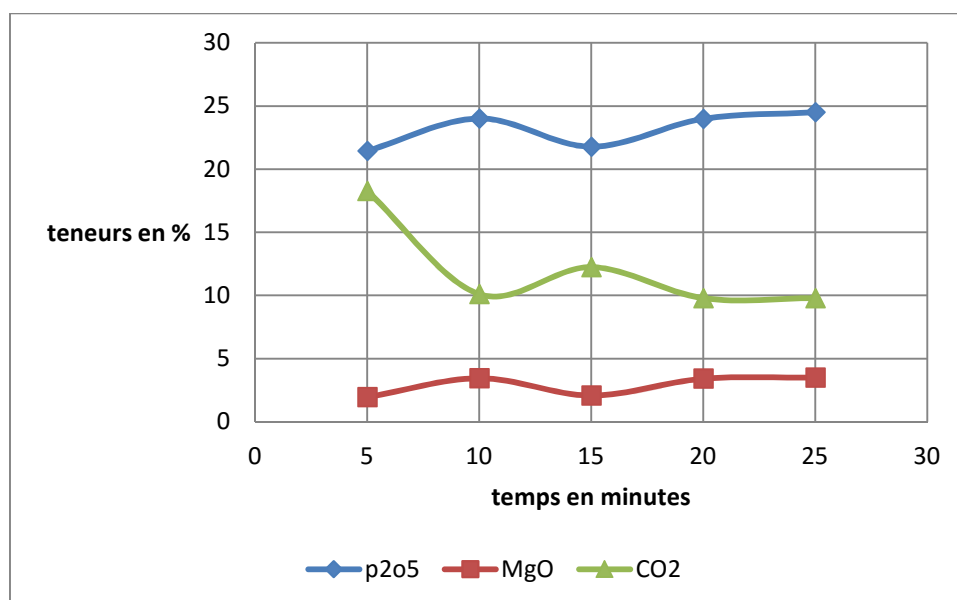
DIAMETRE (mm)	TEMPS (MINUTE)				
	5	10	15	20	25
1	18,28	10,11	12,24	9,79	9,79
0.8	10,23	10,44	10,93	10,12	10,44
0.5	7,83	11,42	13,06	10,77	11,42
0.1	6,85	7,18	6,90	6,2	6,85
0.08	10,61	14,36	8,81	8,49	8,16
<0.08	13,38	13,06	11,42	11,1	10,77

c-Evolution de la teneur enMgO :**Tableau 24 :** Variation de la teneur enMgO (en %) par fraction granulométrique en fonction du temps (t en min)

DIAMETRE (mm)	TEMPS (MINUTE)				
	5	10	15	20	25
1	1,94	3,44	2,08	3,41	3,50
0.8	/	/	/	/	/
0.5	2,58	3,34	3,48	3,05	1,82
0.1	0,89	1,06	0,96	1,02	1,06
0.08	2,68	2,42	2,42	2,08	3,05
<0.08	3,91	3,51	3,58	3,21	4,01

d-Evolution de la teneur en P₂O₅,MgO et CO₂ :**Tableau 25 :** Variation de la teneur enP₂O₅,MgO et CO₂ (en %) par fraction granulométrique en fonction du temps (t en min) des échantillon globaux

Temps (minute)	(%) CO ₂	(%) MgO	(%) P ₂ O ₅
5	8,64	2,25	26,66
10	8,64	2,12	27,7
15	8,64	2,02	27,33
20	8,64	1,98	27,19
25	8,64	2	27,18

**Figure 22:** courbe d'analyse chimique pour la fraction 1 mm

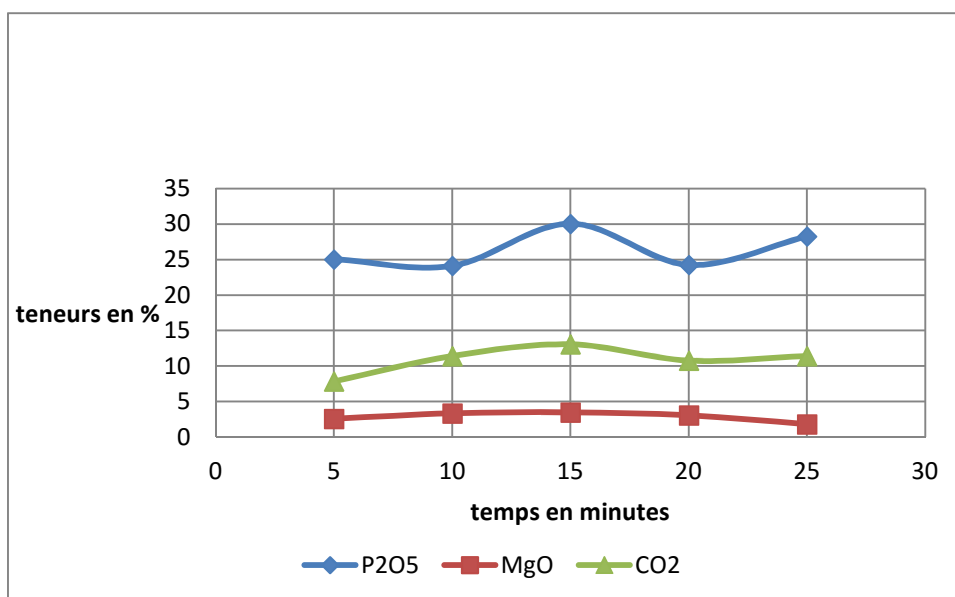


Figure 23: courbe d'analyse chimique pour la fraction 0.5 mm

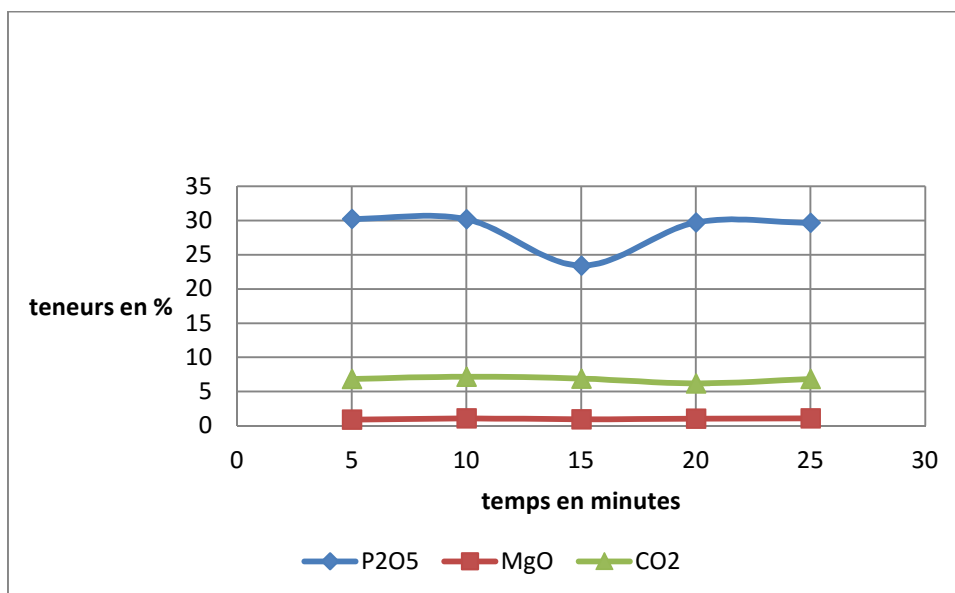


Figure 24: courbe d'analyse chimique pour la fraction 0.1 mm

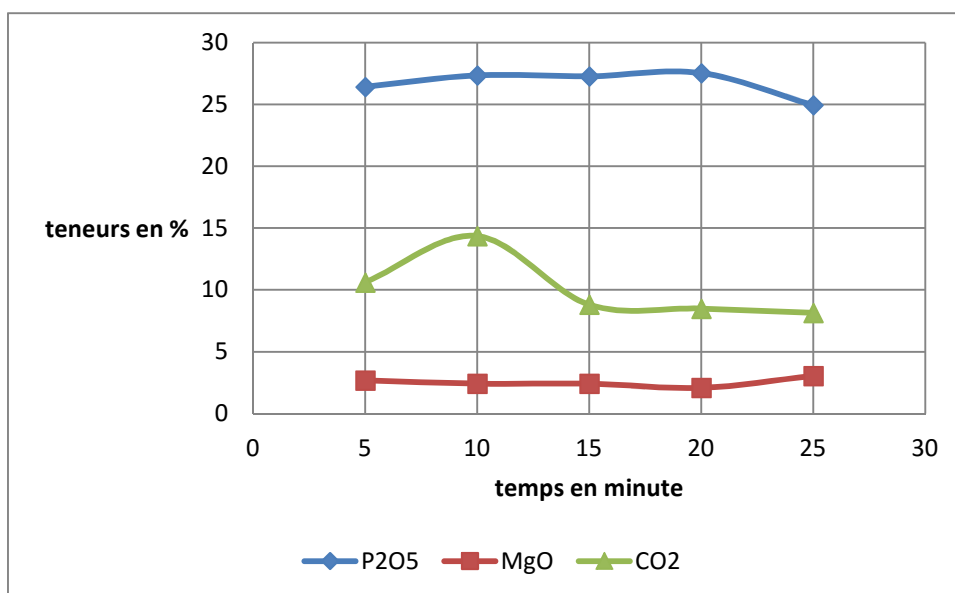


Figure 25: courbe d'analyse chimique pour la fraction 0.08 mm

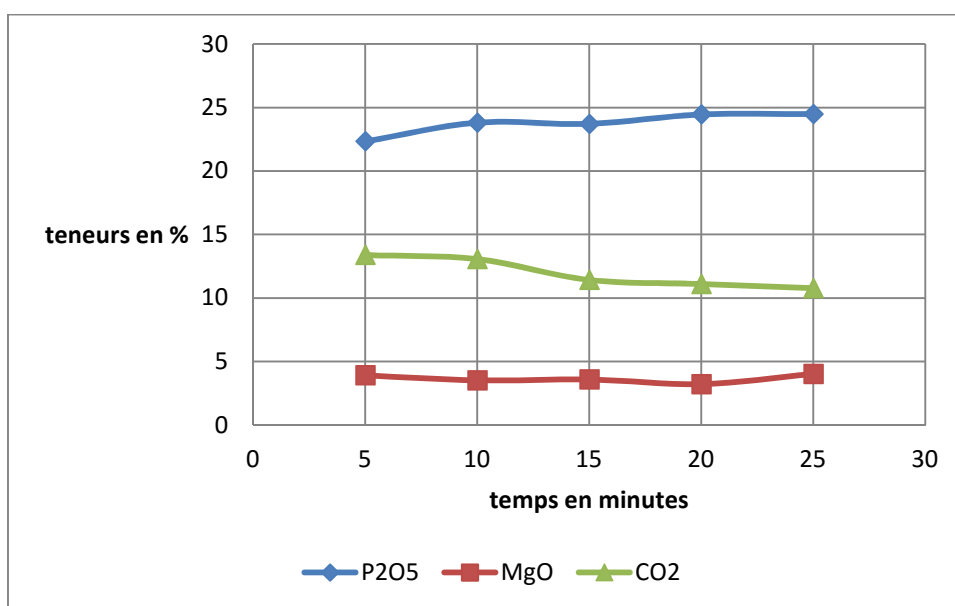


Figure 26: courbe d'analyse chimique pour la fraction <0.08 mm

Annexe

Fonction de broyage :

Tableau (26) : resultat de calcule dmi/dt pour E1 (5min)

Ouverture des tamis (mm)	mi(g) t=0	mi (t1) t=5min	δmi (g)	mi*t	Si	bi(g)	mj(g)	mj*t	Δmj (g)	sj	bij	Bi,j	dmi/dt
>1	18,70	1,30	17,4	93,5	0,19	0	0	0	0	0	0	0	0
1-0,8	3,86	1,00	2,86	19,3	0,15	18,70	18,7	93,5	17,4	0,19	1,07	1,07	-0,15
0,8-0,5	37,70	3,90	33,8	188,5	0,18	22,56	3,86	19,3	20,26	1,05	1,11	2,19	3,04
0,5-0,1	313,50	271,40	42,1	1567,5	0,03	60,26	37,7	188,5	54,06	0,29	1,11	3,26	0,962
0,1-, 0,08	16,60	26,20	-9,6	83	-0,12	373,76	313,5	1567,5	96,16	0,0	3,89	5,45	23,33
<0,08	39,10	125,10	-86	195,5	-0,44	390,36	16,6	83	86,56	1,04	4,51	8,71	150,09
total	429,46	428,90	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

Tableau (27) : resultat de calculedmi/dt pour E2 (10min)

Ouverture des tamis (mm)	mi(g) t=0	mi (t2) t=10min	δmi (g)	mi*t	Si	$\delta mi,j$ (g)	mj(g)	mj*t	Δmj (g)	sj	bij	Bi,j	dmi/dt
>1	19,60	0,80	18,80	196	0,10	0	0	0	0	0	0	0	0
1-0,8	4,50	1,10	3,40	45	0,08	19,6	19,6	196	18,8	0,10	1,04	1,04	-0,08
0,8-0,5	37,30	3,60	33,70	373	0,09	24,10	4,5	45	22,20	0,49	1,09	2,13	1,63
0,5-0,1	309,60	260,10	49,50	3096	0,02	61,40	37,3	373	55,90	0,15	1,10	3,23	0,21
0,1-, 0,08	16,20	25,80	-9,60	162	-0,06	371,00	309,6	3096	105,40	0,03	3,52	5,35	12,04
<0,08	45,30	139,60	-94,30	453	-0,21	387,20	16,2	162	95,80	0,60	4,04	10,79	76,67
total	432,50	431,00	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

Tableau (28) : resultat de calcule dmi/dt pour E3 (15min)

Ouverture des tamis (mm)	mi(g) t=0	mi (t3) t=15mi n	$\delta mi(g)$	mi*t	Si	$\delta mi,j(g)$	mj(g)	mj*t	$\Delta mj(g)$	sj	bij	Bi,j	dmi/dt
>1	19,60	3,10		294	0,06	0	0	0	0	0	0	0	0
1-0,8	3,90	0,70	16,50	58,5	0,05	19,60	19,60	294	16,50	0,06	1,19	1,19	-0,04
0,8-0,5	38,70	1,30	3,20	580,5	0,06	23,50	3,90	58,5	19,70	0,34	1,19	2,38	1,22
0,5-0,1	316,70	241,50	37,40	4750,5	0,02	62,20	38,70	580,5	57,10	0,10	1,09	3,47	-0,95
0,1-, 0,08	16,80	26,40	75,20	252	-0,04	378,90	316,70	4750,5	132,30	0,03	2,86	6,33	8,03
<0,08	40,10	162,80	-9,60	601,5	-0,20	395,70	16,80	252	122,70	0,49	3,22	9,56	65,49
total	435,80	435,80	-122,70	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

Tableau (29) : resultat de calcule dmi/dt pour E4 (20mi)

Ouverture des tamis (mm)	mi(g) t=0	mi (t4) t=20mi n	$\delta mi(g)$	mi*t	Si	$\delta mi,j(g)$	mj(g)	mj*t	$\Delta mj(g)$	sj	bij	Bi,j	dmi/dt
>1	14,60	1,80	12,80	292	0,04	0		0	0	0	0	0	0
1-0,8	2,90	0,40	2,50	58	0,04	14,60	14,60	292	12,80	0,04	1,14	1,14	-0,02
0,8-0,5	30,90	3,70	27,20	618	0,04	17,50	2,90	58	15,30	0,26	1,14	2,28	0,57
0,5-0,1	301,00	199,00	102,00	6020	0,02	48,40	30,90	618	40,00	0,06	1,21	3,49	-1,778
0,1-, 0,08	21,30	33,10	-11,80	426	-0,03	349,40	301,00	6020	144,50	0,02	2,42	5,91	4,947
<0,08	44,90	157,20	-112,30	898	-0,13	370,70	21,30	426	132,70	0,31	2,79	8,71	41,15
total	415,60	395,20	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

Tableau (30) : resultat de calcule dmi/dt pour E5 (25mi)

Ouverture des tamis (mm)		mi (t5) t=25mi n	$\delta mi(g)$	mi*t	Si	$\delta mi,j(g)$	mj(g)	mj*t	$\Delta mj(g)$	sj	bij	Bi,j	dmi/d t
>1	20,2	2,40	17,80	505	0,04	0	0	0	0	0	0	0	0
1-0,8	7,3	0,20	7,10	182,5	0,04	20,2	20,2	505	17,80	0,04	1,13	1,13	-0,01
0,8-0,5	36,8	3,50	33,30	920	0,04	27,5	7,3	182,5	24,90	0,14	1,10	2,24	0,68
0,5-0,1	295,3	188,80	106,50	7382,5	0,01	64,3	36,8	920	58,20	0,06	1,10	3,34	-0,82
0,1-, 0,08	16,5	36,60	-20,10	412,5	-0,05	359,6	295,3	7382,5	164,70	0,02	2,18	5,53	6,26
<0,08	36	175,40	-139,40	900	-0,15	376,1	16,5	412,5	144,60	0,35	2,60	8,13	46,03
total	412,1	406,90	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

Résumé

La production Algérienne de phosphate est assurée par l'entreprise SOMIPHOS filiale de FERPHOS group. Le plan de développement de l'entreprise repose essentiellement sur l'augmentation de la capacité de production en brut et en traité tout en respectant les gammes commercialisées à l'échelle mondiale

Notre travail porte sur l'étude du phosphate beige de Kef Es Senoun, sur lequel une batterie de test et d'analyse a été effectuées à fin de déterminer les caractéristiques chimiques et granulométrique pour nous permettre de modéliser la fonction de broyage

Les résultats de l'étude nous montre que le temps de broyage a une influence premièrement sur la composition chimique et deuxièmement sur la fonction de broyage.

Mots clefs :

Phosphates beige, tamisage, analyse granulométrique, analyse chimique, broyage, modélisation.

Resume:

Algerian phosphate production is ensured by the company SOMIPHOS subsidiary FERPHOS group. The Development Plan of the company rest essentially on increasing production capacity in raw and in any treaty respecting the ranges marketed to the World - wide Our work focuses on the study of beige phosphate Kef Es Senoun on June Which battery of tests and analysis Was performed at the end of Determining Chemical and particle size characteristics to enable us to Model the grinding function The results of the study shows what we grinding time influence the chemical composition and a first Second on the grinding function.

Keywords :

Phosphates beige sieving, particle size analysis , chemical analysis, milling , modeling.