



UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA - BEJAIA
FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DES MINES ET GEOLOGIE

Mémoire de Master

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

Option : Valorisation des Ressources Minérales

Présenté par

Mr. AZRI Rachid
Mr. ZERARA Aissam

Thème

**Flottation du minerai Plomb-Zinc d'Amizour et
caractérisation Physico-chimique du rejet**

Soutenu le 21/06/2015 devant le jury composé de:

Présidente :	M ^{me} N. BOUZIDI	MCA	Université de Béjaïa
Examinatrice :	M ^{me} N. MALEK	MCB	Université de Béjaïa
Encadreur :	M ^{me} L.AIT BRAHAM	MCA	Université de Béjaïa
Co-promoteur :	Mr M. MAZA	Professeur	Université de Béjaïa

Année Universitaire: 2014-2015

Remerciements

*En premier lieu, nous apportons nos gratitudee à notre **DIEU**, notre créateur pour nous avoir donné la force et la santé pour réussir dans nos études et accomplir ce travail.*

*Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements à nos promoteurs : **Mme L. AIT BRAHAM** et le professeur **M. MAZA** pour leur conseils et aide qu'ils nous ont apportés*

*Nous voudrions remercier **Mme N. BOUZIDI** qui nous fait l'honneur d'accepter la présidence de ce jury.*

*Nous remercions aussi **Mme N. MALEK** d'avoir accepté d'examiner notre travail*

Nous tenons encore à porter tous nos remerciements à :

***Mr Y. AZRI**, Directeur de L'office National de la Recherche Géologique et Minière (ORGM, Boumerdès).*

***Mr M. OULD HAMMOU**, directeur de l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP ALGER).*

***Mr M. BENHAMA**, ingénieur de laboratoire au Centre de Recherche et Développement (CRD Boumerdès).*

Ainsi que l'ensemble des enseignants qui nous ont suivis durant notre cycle d'étude, plus spécialement ceux du département mines et géologie.

Pour ceux qu'on aurait oubliés sans le vouloir Merci à tous

Dédicaces

A mes parents

A mon frère et mes sœurs

A mes cousins Azri Yahia et Djebbar

A Mes enseignants (es)

A tous (tes) mes amis (es)

A tous ceux que j'ai oubliés involontairement

Rachid

A mon père et ma mère

Mes frères et sœurs

Mes amis (es)

Tous qui m'ont aidé

Fissam



Sommaire

Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I. Présentation du gisement du minerai Pb/Zn d'Amizour

I.1.Situation géographique du gisement	2
I.2. Géologie du site d'étude et aperçu historique	2
I.3. Aperçus sur la minéralisation du minerai d'Amizour	6
I.3.1.Caractérisation du minerai (Composition minéralogiques)	6
I.3.2. Analyse chimique du minerai	6
I.4.Distribution des teneurs	9
I.5.Réserves géologiques et principaux gisements de Pb/Zn en Algérie	10

Chapitre II. Généralités sur la flottation des minerais sulfurés et

Impacts sur l'environnement

II.1.Historique de la technique de flottation.....	12
II.2.Définition et principe.....	12
II.3.Themodynamique de la flottation.....	12
II.4.Flottaion des espèces minérales.....	16
II.5.Principaux paramètres de la flottation	17
II.6. Réactifs de flottation des sulfures.....	17
II.6.1.Collecteurs de flottation.....	17
II.6.1.1. Xanthates	17
II.6.1.2. Dithiophosphates	18
II.6.1.3. Dithiocarbonates	18
II.6.2. Moussants	18
II.6.3. Déprimants (dépresseurs)	19
II.6.4. Activants.....	19
II.6.5. Régulateurs	19

II.7.Machines de flottation	19
II.7.1. Colonne de flottation	19
II.7.2 .Cellule de flottation	21
II.8.Opérations de la flottation	21
II.8.1.Flottation Principale	22
II.8.1.a. Flottation Simple	22
II.8.1.b. Flottation collective (globale)	22
II.8.1.c.Flottation Semi- collective	22
II.8.1.d. Flottation Sélective (différentielle)	22
II.8.2.Flottation de lavage	22
II.9. Rejets miniers	22
II.9.1. Définition du déchet	22
II.9.2. Classification des déchets	22
II.9.2.a. Déchets inertes	22
II.9.2.b. Déchets banals	22
II.9.2.c. Déchets dangereux	23
II.9.3. Types de résidus miniers	23
II.9.4.Risques des rejets miniers sur l'environnement	23
II.9.4.a.Drainage minier acide DMA.....	23
II.9.4.b.Contamination des sols par les métaux lourds.....	24
II.10.Quelques solutions pour réduire ou limiter les impacts des rejets miniers sur l'environnement	25
II.10.1. Dépollution et Imperméabilisation	25
II.10.1.a. Dépollution	26
II.10.1.b.Imperméabilisation	26
II.10.2. Utilisations potentielles des rejets de carbonate-apatite	26
II.10.3.Désulfuration environnementale couplée au remblayage.....	26

Chapitre III. Matériels et méthodes

III.1. Matériels et réactifs	28
III.1.1. Matériels	28
III.1.2. Réactifs	31
III.1.3. Matières premières	32
III.2. Techniques de traitement du minerai	33
III.2.1. Traitement mécanique du minerai	33
III.2.2. Enrichissement du minerai par flottation sélective	37
III.2.2.1. Préparation des expériences	37
III.2.2.2. Préparation de l'échantillon, minerai et les réactifs	37
III.2.2.3. Description de déroulement de l'essai de flottation sélective	37
III.3. Méthodes d'analyses	40
III.3.1. Spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA)	40
III.3.2. Diffraction des rayons X	41
III.3.3. Spectrométrie de fluorescence X	43
III.3.4. Analyses thermiques	43
III.3.4.1. Analyse Thermique Différentielle (ATD)	43
III.3.4.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)	43
III.3.5. Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	44
III.4. Mesure de pH et de la conductivité	45

Chapitre IV. Résultats et discussion

IV.1. Résultats du traitement	47
IV.1.1. Traitement mécanique du minerai	47
IV.1.2. Résultats d'enrichissement par flottation sélective	49
IV.2. Résultats des analyses	51
IV.2.1. Analyse minéralogique par diffraction des rayons X	51
IV.2.2. Analyse chimique du rejet de flottation par fluorescence X	55

IV.2.3. Analyse du rejet par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF)	56
IV.2.4.2. Analyse Thermogravimétrique (ATG).....	57
IV.3. Mesure de la conductivité et du pH.....	58
Conclusion générale	60
Références bibliographiques	62
Annexes	

Liste des tableaux

Tableau I.1. Minéraux essentiels et secondaires hypogènes et supergène	8
Tableau I.2. Minéraux rares hypogènes et supergène	8
Tableau I.3. Résultats d'analyse par ICP du minerai	9
Tableau I.4. Composition chimique du minerai tout venant donnée par FX	9
Tableau I.5. Teneurs maximales en Pb et Zn en fonction des sondages	10
Tableau II.1. Minéraux pouvant être séparés par la technique de flottation	17
Tableau.III.1. Les réactifs nécessaires pour la flottation du Pb/Zn.....	32
Tableau IV.1. Résultats d'analyse granulométrique du minerai	47
Tableau IV.2. Diamètres caractéristiques de la granulométrie	48
Tableau IV.3. Coefficients caractéristiques de la granulométrie	48
Tableau IV.4. Résultats d'optimisation du temps de broyage.....	49
Tableau IV.5. Résultats d'analyse par SAA des produits de flottation sélective	50
Tableau IV.6. Résultats d'analyse chimique par FX du rejet	55
Tableau IV.7. Résultats de mesure de pH et de la conductivité.....	58

Liste des figures

Figure I.1. Carte d'indice de prospection	4
Figure I.2. Position du massif d'Amizour dans le contexte structurale du nord algérien	5
Figure I.3. Colonne stratigraphique de la région de Béjaia (massif d'Amizour)	6
Figure I.4. Coupe géologique schématique du gisement d'Amizour, avec position de quelque sondage	7
Figure I.5. Présentation des sondages en fonction des teneurs maximales de Pb et Zn	11
Figure. II.1. Mécanismes de l'interaction bulle-particule	15
Figure II.2. Angle de contact pour un système solide-liquide-gaz	17
Figure II.3. Schéma d'une colonne de flottation	21
Figure II.4. Cellule de flottation Denver Sala type DR ouvert	22
Figure II.5. (a) mine Laronde Canada, halde à stérile oxydée, (b) contamination d'un ruisseau par le drainage minier acide au site abandonné d'Aldermac	26
Figure III.1. Concasseur à cylindre	28
Figure III.2. Broyeur à boulets	29
Figure III.3. Tamiseuse de type RETCH	30
Figure III.4. Diviseur rotatif	30
Figure III.5. Photo d'une cellule de flottation DENVER.	31
Figure III.6. Protocole de flottation sélective de P/Zn d'Amizour	39
Figure III.7. Schéma de principe de fonctionnement de la SAA	40
Figure III.8. Schéma du principe du diffractomètre des rayons X	42
Figure III.9. (a), (b) diffractomètre des rayons X	42

Liste des figures

Figure III.10. (a) appareil thermogravimétrique. (b) Schéma du principe d'un appareil	
Thermogravimétrie.....	45
Figure III.11. Spectrophotomètre d'infrarouge.....	46
Figure III.12. (a) pH mètre, (b) conductimètre.....	47
Figure IV.1. Courbe granulométrique du minerais.....	49
Figure IV.2. Courbe représentative de l'optimisation du temps de broyage.....	50
Figure IV.3. Diagramme de diffraction des rayons X du minerais brut	52
Figure IV.4. Diagramme de diffraction des rayons X du concentré de Plomb	53
Figure IV.5. Diagramme de diffraction des rayons X du concentré de Plomb	54
Figure IV.6. Diagramme de diffraction des rayons X du rejet.....	55
Figure IV.7. Spectre infrarouge des tranches granulométriques	57
Figure IV.8. Thermogrammes ATG du rejet	58

Liste des abréviations

- DRX : Diffraction des rayons X
- IRTF : Spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier
- ATG : Analyse thermogravimétrique
- ATD : Analyse Thermo Différentielle
- PAF : Perte au Feu
- DMA : Drainage Minier Acide
- ETM : Eléments Traces Métalliques
- FX : Fluorescence X
- ICP : Inductance couplée avec Plasma
- CRD : Centre nationale de Recherche et de Développement
- ORGM : Office nationale des recherches Géologiques et Minière
- Q_i : Quantité du minerai (g).
- $Q_{C_{Pb}}$: Quantité de plomb dans le concentré de plomb.
- $Q_{C_{Zn}}$: Quantité de zinc dans le concentré de zinc
- $Q_{m_{Pb}}$: Quantité de plomb dans le minerai
- $Q_{m_{Zn}}$: Quantité de zinc dans le minerai
- α_{Pb} : Teneur en Pb du minerai (%).
- C_{pb} : Quantité du concentré de plomb (g).
- β_{Pb} : Teneur en Pb du concentré (%).
- T_R : Quantité du rejet (g).
- V_{pb} : Teneur en Pb dans le rejet (%).
- C_{Zn} : Quantité du concentré de Zn (g).
- β_{Pb} : Teneur en Zn dans le concentré de Zn (%).
- L_{Zn} : Teneur en Zn du minerai (%).
- β_{Zn} : Teneur en Zn dans le concentré du Pb (%).
- V_{Zn} : Teneur en Zn dans le rejet (g).



Introduction générale

Introduction générale

Le gisement Plombo-Zincifère d'Amizour, découvert vers les années 80 est situé à 10 Km de la ville de Bejaia et à 2 Km de la route nationale N° 26. Il est considéré comme l'une des plus grandes réserves naturelles en zinc et en plomb sur tout le territoire national et le 2^{ème} en Afrique de par sa superficie et ses teneurs importantes en zinc et en plomb. Son exploitation aujourd'hui n'est pas encore mise en œuvre. Sa réserve est estimée à 30 millions de tonnes de ce minerai.

L'enrichissement de ce minerai en plomb et zinc par procédé de flottation engendre des rejets importants pouvant nuire à l'environnement d'une part et à la santé humaine par le drainage minier acide d'autre part ce qui constitue une véritable problématique.

L'objectif de notre travail est porté sur deux axes :

- Le premier est d'enrichir le minerai Pb/Zn par le procédé de flottation sélective.
- Le second axe consiste à caractériser le rejet issu du procédé d'enrichissement afin de le valoriser.

Ce présent travail, est constitué essentiellement de quatre chapitres :

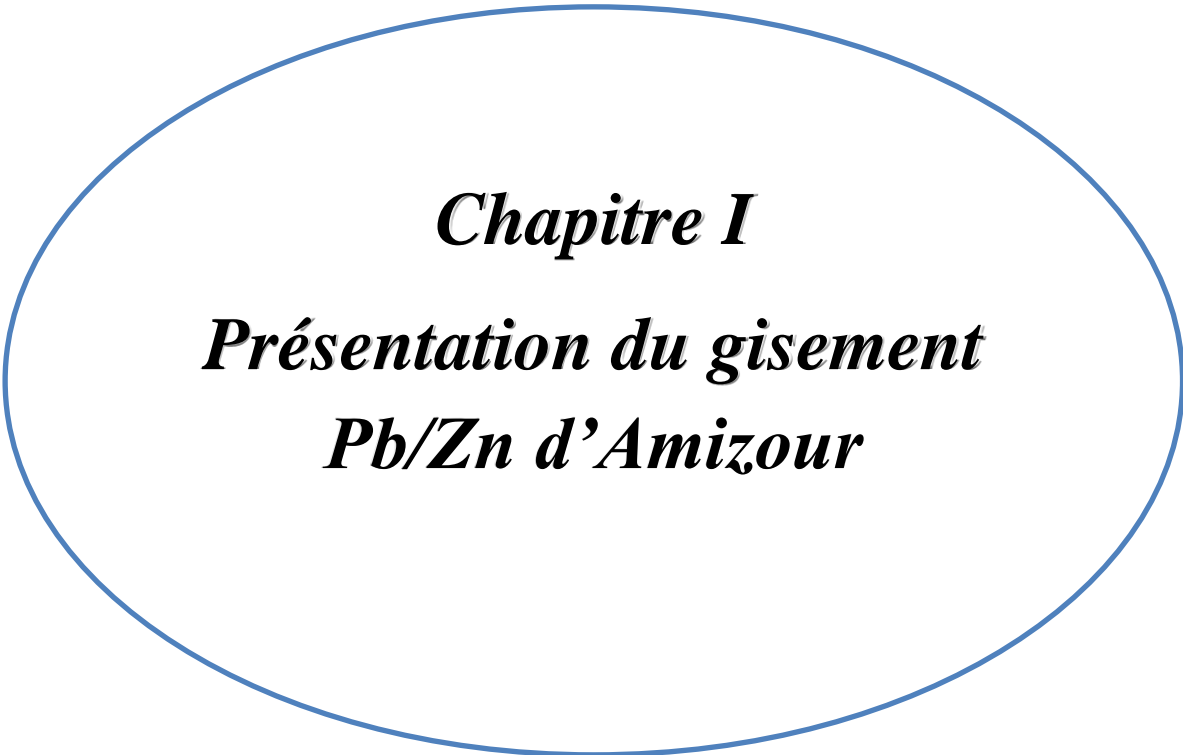
Après une introduction générale, on présentera dans le premier chapitre le gisement Pb/Zn d'Amizour du point de vue historique, sa géographie et sa géologie, sa minéralogie et la distribution des teneurs. On parlera aussi des principaux gisements et des réserves de Pb/Zn en Algérie.

Le second chapitre sera consacré aux généralités sur le traitement des minerais sulfurés par une méthode d'enrichissement sélective qui est la flottation, ainsi que les rejets générés par cet enrichissement et quelques solutions afin de protéger l'environnement des effets néfastes.

Le troisième chapitre sera consacré à la présentation du matériels et méthodes utilisés pour le traitement et la caractérisation du minerai avec les concentrés et le rejet, par la suite on abordera les différentes techniques de traitement tout en commençant par la préparation mécanique du minerai puis son enrichissement par flottation sélective. A la fin de ce chapitre on présentera les méthodes d'analyses du minerai, des concentrés et du rejet.

Dans le quatrième chapitre, il traitera les résultats et interprétations obtenus par la préparation mécanique et la flottation sélective.

Enfin, on termine par une conclusion générale qui résume tous les résultats trouvés lors de cette étude.



Chapitre I
Présentation du gisement
Pb/Zn d'Amizour

Chapitre I. Présentation du gisement du minerai Pb/Zn d'Amizour

Le gisement plombo-zincifère d'Amizour est considéré comme les plus grands gisements polymétallique en Algérie. Le minerai Pb/Zn comporte certaines quantités de substances lourdes (gangue), ce qui consiste à les séparer des substances valorisables par une technique d'enrichissement qui est la flottation.

Dans ce chapitre on présentera le gisement d'Amizour du côté de sa géologie, sa géographie ainsi que sa minéralogie, on parlera également de la distribution des teneurs ainsi que les réserves et les principaux gisements du Pb/Zn en Algérie.

I.1.Situation géographique du gisement

Le gisement d'Oued Amizour est l'une des plus grandes réserves naturelles en zinc et en plomb sur tout le territoire national. Découvert vers les années 80, il est situé à 10 Km de la ville de Béjaïa et à 2 Km de la route nationale N° 26. Il porte pour nom « gisement d'Ait Bouzid » sur la carte des indices de prospection (figure I.1).

I.2.Géologie du site d'étude et aperçu historique

L'aire du gisement fait partie du massif montagneux d'Amizour. Ce gisement est constitué par des roches volcano-sédimentaires et intrusives et couvrant une superficie de 70 Km² environ.

Le massif central d'Oued Amizour est un ensemble volcano-sédimentaire à structure tectonique complexe. Les formations sont très variées dont certaines sont altérées : ainsi les couches superficielles sont argileuses, ce qui entraîne une mauvaise infiltration et inversement un ruissellement superficiel très développé.

Le réseau hydrographique du massif est très ramifié. La plupart des oueds sont tributaires d'Oued Soummam. Leurs versants sont abrupts, leurs vallées en V sont étroites et inaccessibles. Le climat de la région est subtropical, méditerranéen modérément chaud et humide en hiver. La température moyenne annuelle est de 17 à 20°C. Elle atteint 35 à 40°C en été et -2°C en hiver.

Les études des potentialités métallifères du massif d'Oued d'Amizour sont de courte durée historique dans le temps. On peut les diviser avec assez de précision en deux étapes : la première commence à la fin du 20^{ème} siècle pour se terminer en 1980 et la seconde, beaucoup plus riche en recherches géologiques, mais beaucoup plus brève se poursuit de 1980 à nos jours [1].

La réalisation d'un programme de prospection par forage a conduit rapidement à la découverte d'importantes minéralisations zincifères. Cette découverte a induit, à partir de

1991, une focalisation des efforts sur une zone riche afin de cerner toutes les caractéristiques et les paramètres de la concentration minérale [2].

La position du massif d'Amizour dans le contexte structural du nord Algérien est présentée dans la figure I.2.

Dans ses études prospectives, l'O.R.G.M a effectué plusieurs sondages sur toute l'étendue du gisement qui constitue un réseau d'évaluation de base. Les échantillons ont été prélevés sous forme de carottes cylindriques depuis la surface jusqu'à des profondeurs pouvant atteindre 500m [3].

Le projet d'Oued Amizour (Béjaia) a été développé par la société WMZ, les travaux d'exploration de cette dernière ont été achevés par la réalisation de 150 sondages, la finalisation de l'étude de pré faisabilité et le lancement d'une étude de faisabilité. La nouvelle estimation des réserves indique 30 millions de tonnes de minerais avec des teneurs de 6.30% de Zn et 1.89% de Pb [4]. La position de quelques sondages et la coupe géologique schématique sont représentées dans la figure I.3.

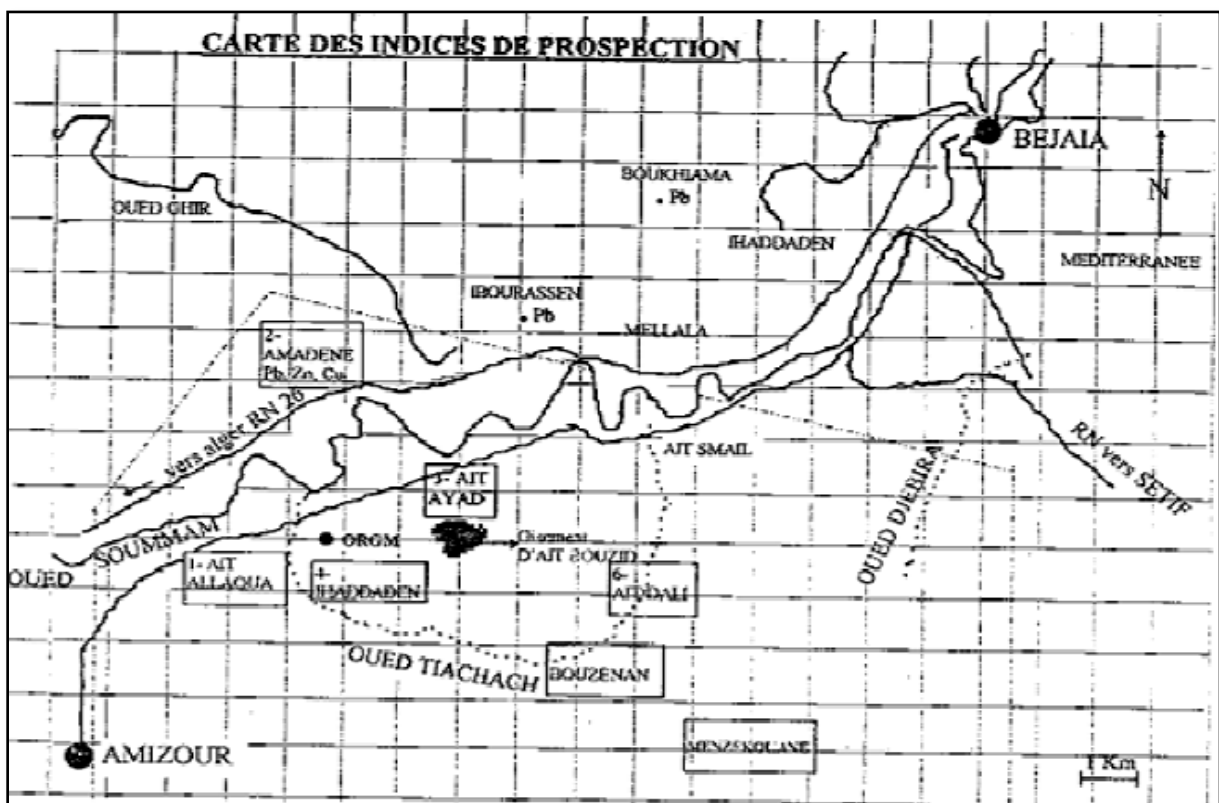


Figure I.1 : Carte d'indice de prospection [2].

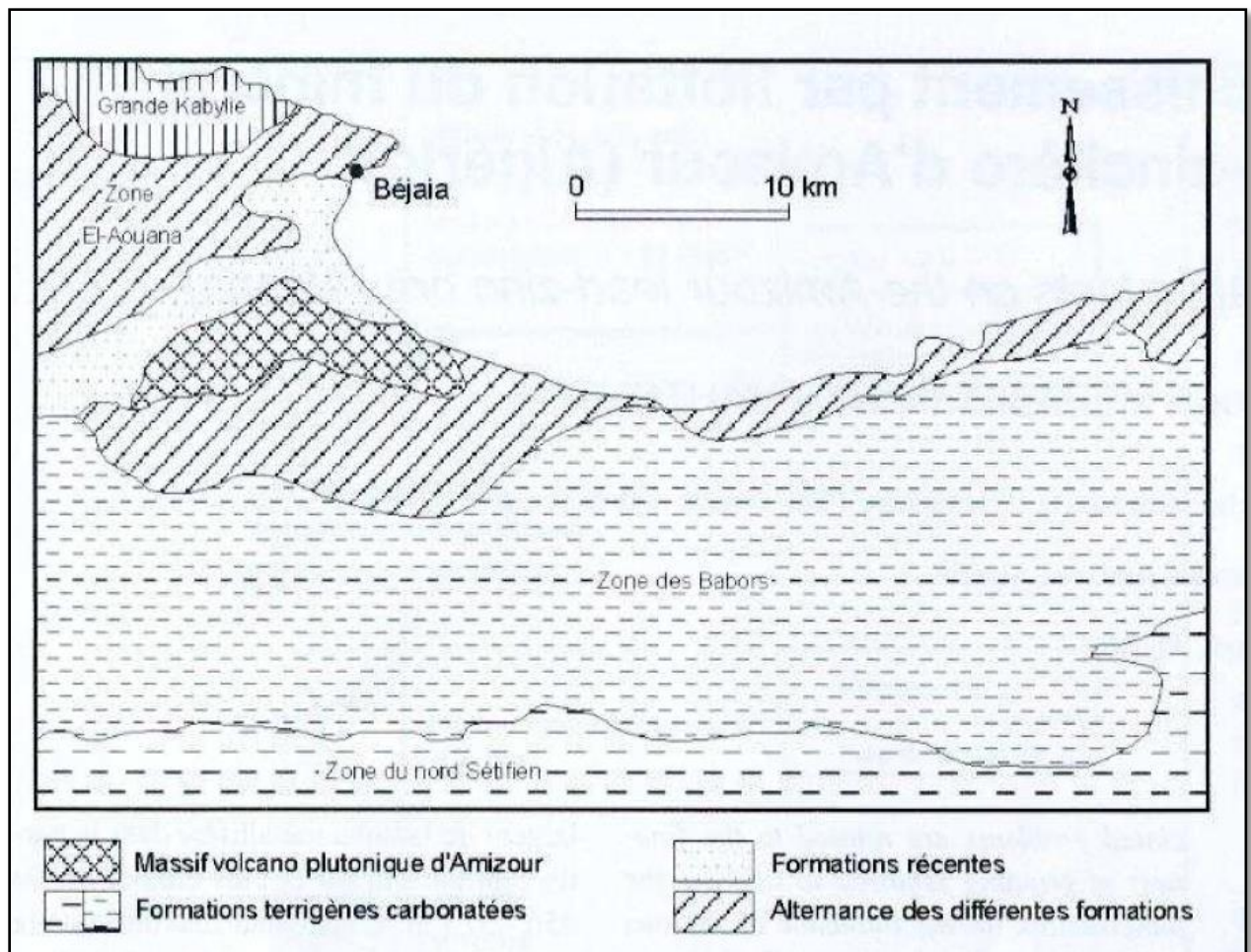


Figure I.2 : Position du massif d'Amizour dans le contexte structural du nord algérien [2].

COLONNE STRATIGRAPHIQUE DE LA REGION
DE BEJAIA (MASSIF DE AMIZOUR)

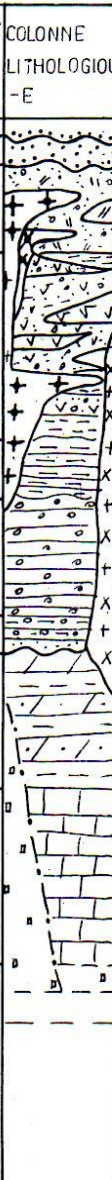
SYSTEME	SERIE	ETAGES	PUISSANCE EN M	COLONNE LITHOLOGIQUE	COMPOSITION
TERTIAIRE	PLIOCENE	PLAISACIEN	0-50 30-100		Colluvies, sable, argiles
					Conglomerats, grès, argilites
	MIOCENE		300-350		Laves et tufs dacitiques et liparito-dacitiques
			600-700		Tuffites tufs et laves andésitiques avec des horizons de tufs à composition mixte (partie supérieure de l'assise), tuffo-aleurolites et tuffo-grès, et tuffo-micropoudingues
		Burdigalien	180-200		Conglomerats, grès argilites, marnes, calcaires
	OLIGOCENE SUPERIEUR		400-450		Argilites, grès quartzeux (faciès Numédien)
EOCENE SUPERIEUR OLIGOCENE		130	Marnes, aleurolites argilites, grès		
CRETACE	INFERIEUR SUPERIEUR	ALBIEN	500	Aleurolites schisteuses, aleurolites, argilites	
JURASSIQUE	INFERIEUR MOYEN SUPERIEUR	PHERTIEN PORTLANDIEN	600	Marnes, Calcaires, dolomites argilites, conglomerats	
TRIAS SUPERIEUR			?		
PRECAMBRIEN					

Figure I.3 : Colonne stratigraphique de la région de Béjaia (massif d'Amizour) [3].

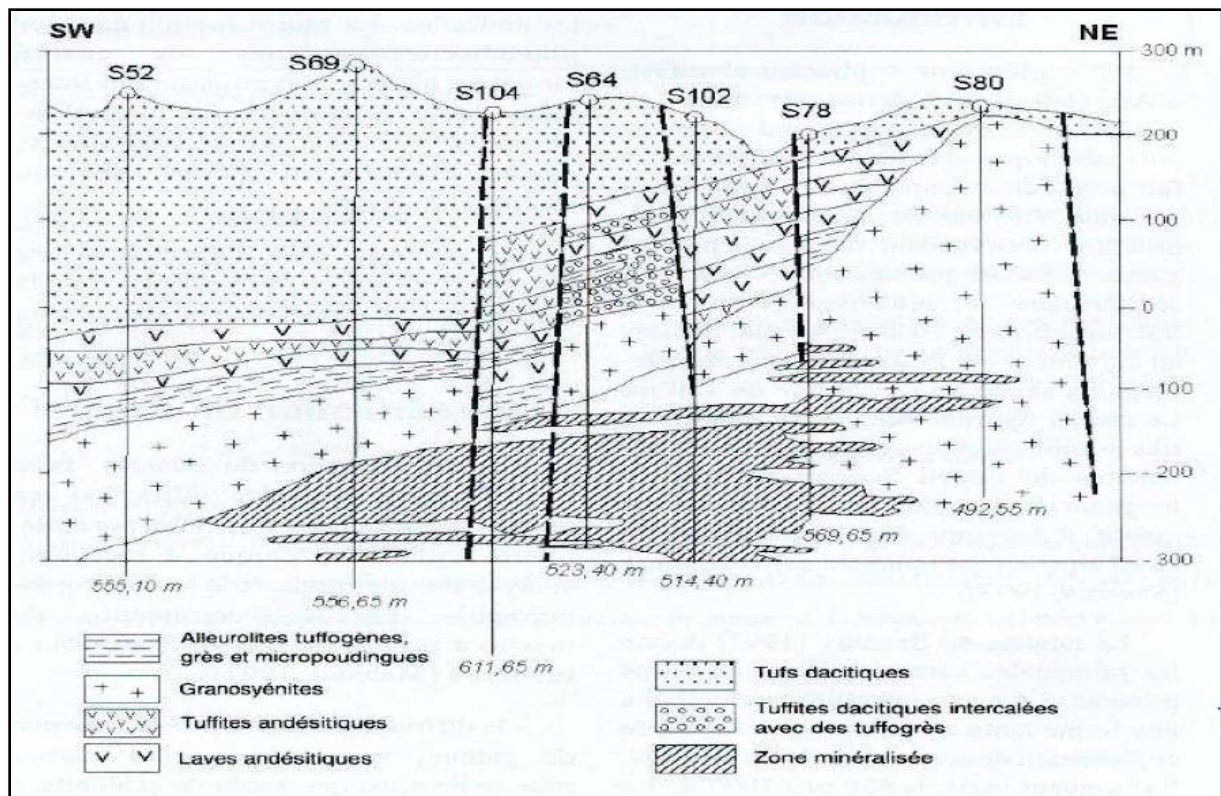


Figure I.4 : Coupe géologique schématique du gisement d'Amizour avec position de quelques sondages [1].

I.3. Aperçu sur la minéralisation du minerai d'Amizour

Le minerai se caractérise par la présence principalement de pyrite, de la sphalérite, de la galène, de la marcassite et de la melnicovite. Les minéraux de gangue sont représentés par le quartz, la séricite, la kaolinite et la calcite [2].

II.3.1. Caractérisation du minerai (Composition minéralogique)

La composition minéralogique, à travers les études faites par l'ORGM, fait distinguer 43 minéraux. Beaucoup d'entre eux appartiennent à différentes phases de formation du gisement. De ce fait, ils sont considérés comme minéraux à plusieurs générations.

Le groupe génétique est représenté par 29 minéraux dont 9 sont essentiels, 6 secondaires et 14 rares. Un bon nombre de minéraux existent en plusieurs générations.

Le groupe génétique supergène réunit 14 types de minéraux dont 3 sont essentiels, 4 secondaires et 7 rares. Tous les minéraux résultent de l'action des altérations hypergènes postérieures aux minéraux du groupe génétique hypogène [4]. Ces groupes génétiques sont représentés dans le tableau I.1 et le tableau I.2

Tableau I.1. Minéraux essentiels et secondaires hypogènes et supergène [1]

Groupes génétiques	Essentiels	Formules	Secondaires	Formules
Hypogènes Hydrothermales	Quartz	SiO ₂	Epidote	K ₂ SO ₄ (Al ₂ SO ₄)
	Séricite		Alunite	2Al ₂ O ₃ 6H ₂ O.
	Kaolinite	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	Tennantite	(Cu, Fe) ₁₂ Sb ₄ Si ₃
	Calcite	CaCO ₃	Sidérose	FeCO ₃
	Sphalérite	ZnS	Baritine	BaSO ₄
	Galène	PbS		
	Marcasite melnicovite	Fe ₃ S ₄		
	Pyrite	FeS ₂		
	Supergène	Anglésite	PbSO ₄	Malachite
Cérusite		PbCO ₃	Hydrozincite	Zn ₅ (CO ₃) ₂ (OH) ₆
Smithsonite		ZnCO ₃ .	Limonite	Fe ₂ O ₃ (OH) ₃

Tableau I.2. Minéraux rares hypogènes et supergène [1]

Groupes génétiques	Rares	Formules chimique
Hypogènes Hydrothermales	Hématite	Fe ₂ O ₃
	Magnétite	Fe ₃ O ₄
	Soufre natif	S
	Dickite	
	Nacrite	
	muscovite	
	Mackinovite	FeS
	Pyrrhotite	Fe _(1-x) S
	Chalcopyrite	CuFeS ₂
	Bismutite	Bi ₂ S ₃
	Anhydrite	CaSO ₄
Casolite		
Supergène	Hémimorphite	
	Chalcosite	Cu ₂ S.
	Statefildite	
	Goethite	
	Cimacite	
	Djarlite	

I.3.2. Analyse chimique du minerai

Le dosage de la totalité des éléments minéraux contenus dans le minerai a été réalisé à l'aide d'un spectromètre d'émission atomique à source plasma couplée avec inductance (ICP) [1]. Le minerai a subi un traitement mécanique (concassage, broyage et homogénéisation). Les résultats d'analyse par ICP et la composition chimique du minerai donné par FX sont résumés dans les tableaux I.3 et I.4.

Tableau I.3. Résultats d'analyse par ICP du minerai [1]

Eléments	Teneurs %	Eléments	Teneurs %
Al	3.8	Mg	0.12
Ba	<0.01	Cu	<0.01
Pb	0.7	Zn	4.4
Cd	0.1	Sn	<0.01
Ca	0.6	Si	0.17
Cr	0.1	Zr	0.01
Fe	5.5	Tl	<0.01
K	1.7	Hg	0.015
Na	0.05	Mn	0.66
Ti	0.02	Ag	<0.01

Tableau I.4. Composition chimique du minerai tout venant donnée par FX [2]

Composé	Teneurs	Composé	Teneurs
Na ₂ O	1.552	TiO ₂	0.557
MgO	0.270	MnO	12.34
Al ₂ O ₃	12.741	Fe ₂ O ₃	6.849
SiO ₂	49.994	CuO	0.069
P ₂ O ₅	0.334	ZnO	5.965
SO ₃	0.578	As ₂ O ₃	0.178
K ₂ O	1.896	Rb ₂ O	0.022
CaO	8.038	SrO	0.021
PbO	0.498		

I.4. Distribution des teneurs

Les teneurs en élément Pb/Zn dans le minerai d'Amizour pour les différents sondages sont inégalement réparties. L'amplitude de variation des teneurs est importante dans le même sondage et d'un sondage à un autre [5].

Les calculs statistiques, effectués à travers l'ensemble des sondages, montrent une teneur moyenne en Pb de 2,67% et en Zn de 12,65%. Le coefficient de variation des teneurs en Pb et en Zn varie en fonction de la profondeur du sondage et diffère d'un sondage à un autre. Le tableau I.5 regroupe les teneurs maximales en plomb et en zinc dans l'ensemble des sondages. Dans la figure I.5, nous remarquons que la teneur en plomb est plus au moins stable pour les sondages 55 à 94 et à partir du sondage 95 on remarque une importante fluctuation avec un maximum de teneur en Pb de 21% au niveau du sondage 100.

La teneur en zinc est maximale pour le sondage 79 et elle est minimale pour le sondage 71. L'amplitude de variation de la teneur en Zn sur l'ensemble des sondages atteint 32 %. Ce qui peut poser des problèmes pour la stabilité et la qualité du minerai.

Tableau I.5 : Teneurs maximales en Pb et Zn en fonction des sondages [5]

Sondage S	% max Pb	% max Zn	Sondages	% max Pb	% max Zn
S55	0,64	6,53	S80	0,49	3,9
S63	0,77	3,82	S81	0,57	6
S64	1,49	7,77	S82	1,03	4,5
S66	1,12	5,56	S83	1	18,5
S67	0,53	4,33	S90	1,02	26
S69	0,19	4,2	S93	0,8	4,2
S71	0,18	2,74	S94	1,2	9,1
S73	0,17	3,38	S95	5,1	21
S74	0,41	4,86	S97	1,5	23
S75	0,53	5,5	S98	2,9	21,9
S76	0,66	5,99	S100	21	24
S78b	0,8	26,5	S102	18	38
S79	1,6	36	S104	5,9	11,6
			Moyenne	2,676	12,649

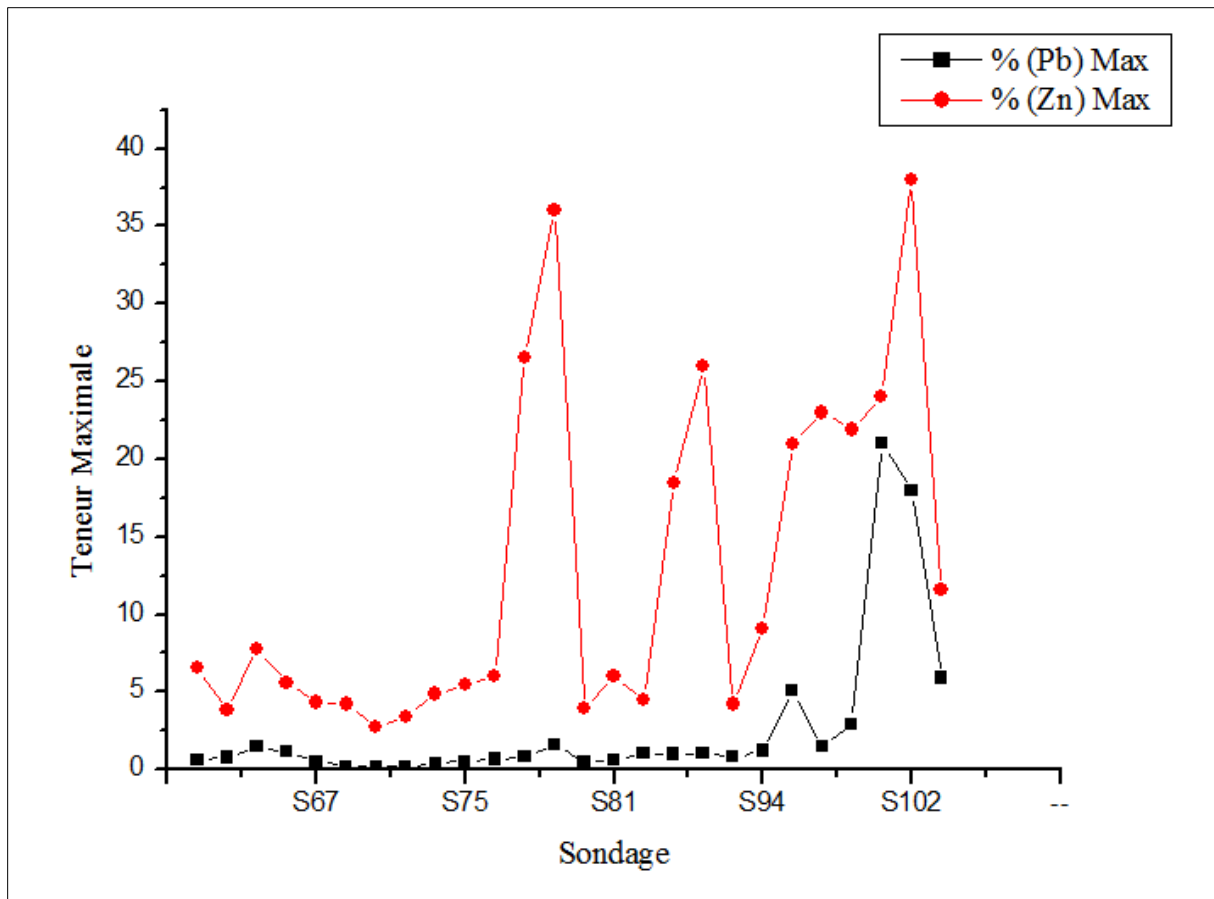


Figure I.5 : Présentation des sondages en fonction des teneurs maximales de Pb et Zn.

I.5. Réserves géologiques et principaux gisements de Pb/Zn en Algérie

Le potentiel en zinc/plomb est évalué à 150 millions de tonnes de minerai. Il est localisé principalement au Nord du pays. Des recherches sont menées sur des sites perspectifs dans la région Est du pays (Batna, massif du Guergour etc...). Les perspectives de développement sont principalement contenues dans la mise en valeur du gisement d'Oued Amizour (Béjaïa) dont les réserves totales sont estimées à 30 millions de tonnes dont 10 millions de tonnes à 11% Zn et 3.2% Pb (épaisseur moyenne de 49 m). Une étude de faisabilité est sur le point d'être lancée pour déterminer les paramètres technico-économiques et déboucher sur la réalisation d'un module de production de 100.000 tonnes/an de concentré de zinc et de plomb [6].

Les principaux gisements de Pb-Zn dans le Nord de l'Algérie sont :

- ✓ Oued Amizour : 30 Mln tonnes de minerai, 5.50 % en Zn et 1.40 % de Pb.
- ✓ Oued El Kebir : 11.52 Mln tonnes de minerai, 2.09 % en Zn et 2.63 % de Pb.

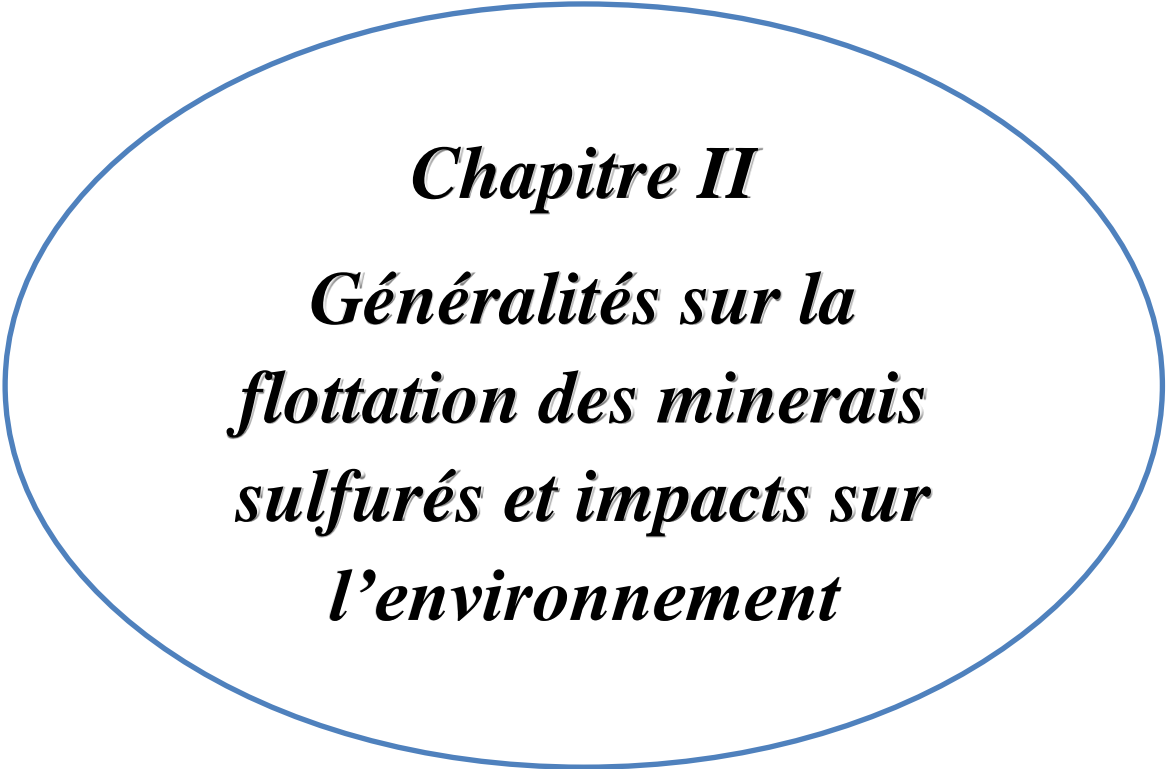
- ✓ Achab : 1.23 Mln tonnes de minerai, 1.66 % en Zn et 1.92 % de Pb.
- ✓ Tiri : 2.87 Mln tonnes de minerai, 3.37 % en Zn et 2.27 % de Pb.
- ✓ Boudoukha : 3.81 Mln tonnes de minerai, 5.84 % en Zn et 1.04 % de Pb.
- ✓ Ain Barbar : 1.86 Mln tonnes de minerai, 4.30 % en Zn et 1.40 % de Pb.
- ✓ Guerrouma : 3 Mln tonnes de minerai, 6.45 % en Zn et 1.85 % de Pb.
- ✓ Boukhdema : 8.38 Mln tonnes de minerai, 4.89 % en Zn et 2.32 % de Pb.
- ✓ Ain Sedjra : 3 Mln tonnes de minerai, 12 % en Zn.
- ✓ Kef Semmah : 2 Mln tonnes de minerai, 5 % en Zn.
- ✓ Hammam N'Bails : 2.4 Mln tonnes de minerai, 5.30% en Zn et 1.50 % en Pb.
- ✓ El Abed : 17.70 Mln tonnes de minerai, 3.70 % en Zn et 2.88 % de Pb.
- ✓ Chaâbat El Hamra : 4.8 Mln tonnes de minerai, 5.40 % en Zn.
- ✓ Kherzet Youcef : 1.6 Mln tonnes de minerai, 18 % en Zn et 3.60 % de Pb.
- ✓ Ain Kahla : 7 Mln tonnes de minerai, 9.37 % en Zn et 1.79 % de Pb.
- ✓ Ichmoul : 1.24 Mln tonnes de minera, 4.04 % de Pb.

Conclusion

Le minerai du Pb/Zn d'Amizour est caractérisé par une grande variété des espèces minérales le rendant très intéressant à étudier.

Les réserves géologiques sont de l'ordre de 30 Mln de tonnes de minerai, ce qui place le gisement comme le plus grand en Algérie.

Il se caractérise par la présence principalement de pyrite, de la sphalérite, de la galène, les minéraux de gangue sont représentés par le quartz, la séricite, la kaolinite et la calcite.



Chapitre II
Généralités sur la
flottation des minerais
sulfurés et impacts sur
l'environnement

Chapitre II. Généralités sur la flottation des minerais sulfurés et impacts sur l'environnement

Dans ce chapitre, nous allons expliquer en détail la technique de flottation avant de l'appliquer au niveau du laboratoire. Nous aborderons, par la suite, l'impact sur l'environnement ainsi que quelques techniques de traitement des rejets miniers.

II.1. Historique de la technique de flottation

A la fin du XXIème siècle la découverte des gisements métalliques à minéralisation fine et dispersée a rendu les méthodes d'enrichissement basées sur l'exploitation des propriétés massiques des minéraux difficilement applicables. C'est ainsi que le procédé de flottation qui fait appel aux propriétés superficielles des phases minérales en milieu aqueux est apparu comme un procédé miracle, capable de fournir des concentrés marchands à la métallurgie à partir de tonnages de plus en plus importants de minerais.

Trois grandes périodes ont marqué le développement de ce procédé. Elles sont liées à la mise sur le marché industriel de grandes quantités de réactifs, appelés collecteurs, qui confèrent l'hydrophobicité nécessaire aux surfaces minérales. [5]

Dans un premier temps pour flotter les sulfures, on fait appel aux acides gras naturels, dont la consommation était élevée vers les années 1920-1930. On synthétisa des collecteurs de type dithiocarbonates et dithiophosphates, ayant une grande affinité pour les sulfures conduisant à de faible consommation. Enfin arrivèrent sur le marché, dans un troisième temps, d'autres collecteurs de synthèse tels que les amines, les alkylsulfonates, les alkylsulfates, permettant de flotter des oxydes et des sels.

La sélectivité a été un des principaux moteurs de la flottation, qui nécessite un bon nombre de travaux scientifiques et techniques, depuis la compréhension des phénomènes de surface jusqu'à la recherche des réactifs nouveaux c'est ainsi que, plus récemment, sont apparus les collecteurs chantants, qui font l'objet d'études pour le traitement des gisements à minéralisation complexes. [5]

II.2. Définition et principe

Elle est fondée sur les différences de mouillabilité. Si le liquide mouille la particule, la force due à la tension superficielle se retranche de la force d'Archimède, la particule est entraînée au fond du liquide. Si ce dernier ne mouille pas la particule la tension superficielle s'ajoute à la force d'Archimède et la particule flotte. On modifie la mouillabilité par des additifs organiques ou minéraux et en ajustant le pH. [7]

Autrement dit, la flottation est un procédé de séparation par voie humide de certains constituants d'un minerai, finement broyé. Les premiers minerais traités ont été les minerais sulfurés (PbS , $CuFeS_2$, ZnS), qui constituent la source d'un grand nombre de métaux usuels. Cependant, l'accroissement des besoins mondiaux en métaux a conduit à l'exploitation de minerais plus complexes ou la technique de flottation revêt une grande importance.

Cette technique consiste à séparer la substance valorisable du stérile. A cet effet la poudre minérale est mise en suspension aqueuse, des ajouts éventuels sont effectués pour ajuster le pH, modifier les propriétés de surface des particules à l'aide de collecteurs et former des mousses stables. D'autres ajouts permettent de moduler l'action des agents collecteurs ; des déprimants augmentent le mouillage, des activants inhibent les effets de déprimants. Par ailleurs, une arrivée d'air permet de former des bulles qui entraînent en surface les éléments valorisables. Après séchage, ces derniers donnent des concentrés. [1]

Pour pouvoir employer cette technique, il faut réunir trois conditions essentielles.

- ❖ L'obtention de bulles d'air stables pouvant former une mousse.
- ❖ L'adhésion des minéraux à flotter aux bulles d'air, non adhésion aux bulles d'air des particules que l'on ne veut pas flotter et mouillage de ces particules par l'eau.
- ❖ La lévitation des minéraux valorisables accrochés aux bulles à la surface et leur récupération dans la mousse [8].

La flottation est donc une technique de la minéralurgie qui différencie les minéraux hydrophiles des minéraux hydrophobes. Les minéraux hydrophobes adhèrent aux bulles de gaz et remontent à la surface, le plus souvent grâce à l'intervention des réactifs chimiques connus sous l'appellation des collecteurs. Ils sont capables de rendre sélectivement les minéraux hydrophobes et aérophiles. Dans certains cas, l'adsorption du collecteur sur le minéral utile nécessite l'addition préalable d'un activant.

Le renforcement de la nature hydrophile des minéraux est en général obtenu grâce à une modification du pH et à l'addition de réactifs déprimants.

Comme la durée de vie des bulles dans de l'eau propre est très courte, l'utilisation de moussants en flottation est indispensable. Leurs actions sont la formation de la mousse et la distribution dimensionnelle des bulles dans la pulpe et sur leur vitesse d'ascension.

Les mécanismes de l'interaction bulle-particule contrôlent la sélectivité et l'efficacité des procédés de flottation. Ces mécanismes ont été étudiés par plusieurs chercheurs (Taggart, Derjaguin...), ils sont de l'ordre 3 : la collision, attachement et Stabilisation/Détachement. [8]

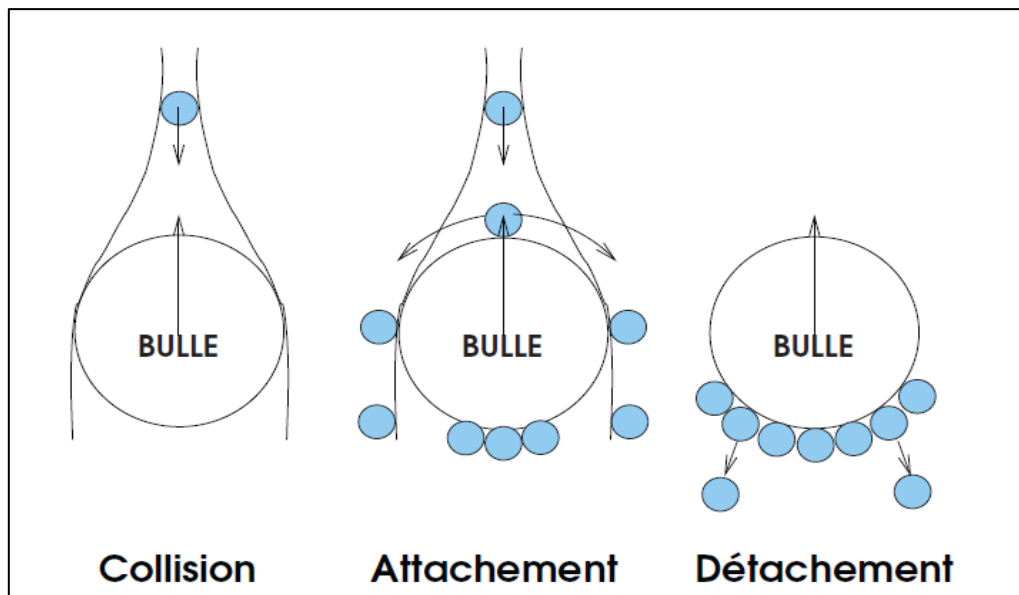


Figure. II.1 : Mécanismes de l'interaction bulle-particule [9].

II.3. Thermodynamique de la flottation

L'application des principes de la thermodynamique aux systèmes de flottation permet de comprendre les mécanismes réactionnels et prévoir si une transformation peut avoir lieu ou non, sans toutefois connaître la cinétique de cette transformation. La principale critique de l'application de la thermodynamique vient du fait que, pendant le temps où se déroule l'opération de flottation, le système auquel on applique les lois thermodynamiques n'est pas en équilibre. [10]

❖ Rappel de thermodynamique à l'interface liquide-air

La tension superficielle γ est définie comme le travail nécessaire pour accroître l'interface entre deux fluides d'une unité de surface. Si l'on considère l'accroissement infinitésimal dA , le travail nécessaire dW_r s'écrit, pour une transformation réversible [11] :

$$dW_r = \gamma dA$$

L'expression générale de la variation de l'enthalpie libre G du système s'écrivant :

$$dG = -SdT + VdP + \sum \mu_i dn_i + \gamma dA$$

T : température,

S : entropie,

μ_i : potentiel chimique du constituant i ,

n_i : nombre de moles du constituant i

On a, à pression, température et composition constantes :

$$dG = \gamma dA$$

Soit, pour un accroissement infinitésimal, l'expression générale :

$$\gamma = (\partial G_S / \partial A)_{p, n, T}$$

G_S étant l'enthalpie libre de surface.

Comme à pression et composition constantes, on a par unité d'aire :

$$(\partial G_S / \partial T) = -S_S$$

Ou encore :

$$d\gamma / dT = -S_S$$

L'énergie superficielle totale E_S est donnée par la relation :

$$E_S = G_S + TS_S$$

Dans un système à composants multiples, l'accumulation d'un ou plusieurs composants à l'interface constitue le phénomène d'adsorption. Dans le cas de substances dissoutes dans un solvant, l'équation de Gibbs donne la relation entre la tension superficielle γ entre deux phases et l'entropie superficielle S_S , la température T , le potentiel chimique μ_i de l'espèce i en solution et sa concentration molaire par unité d'aire à l'interface liquide-air (Γ_i , en mol/m²).

$$d\gamma = -S_S dT - \sum \Gamma_i d\mu_i$$

Comme le procédé de flottation se déroule à température constante, il vient l'équation de Young :

$$d\gamma = - \sum \Gamma_i d\mu_i$$

En exprimant $d\mu_i$ en fonction de l'activité a_i , soit :

$$d\mu_i = RT d\ln(a_i)$$

Il vient

$$\Gamma_i = 1/RT \cdot d\gamma / d\ln(a_i)$$

On détermine ainsi la densité d'adsorption qui peut être soit négative, positive selon le signe du terme $d\gamma / d\ln(a_i)$

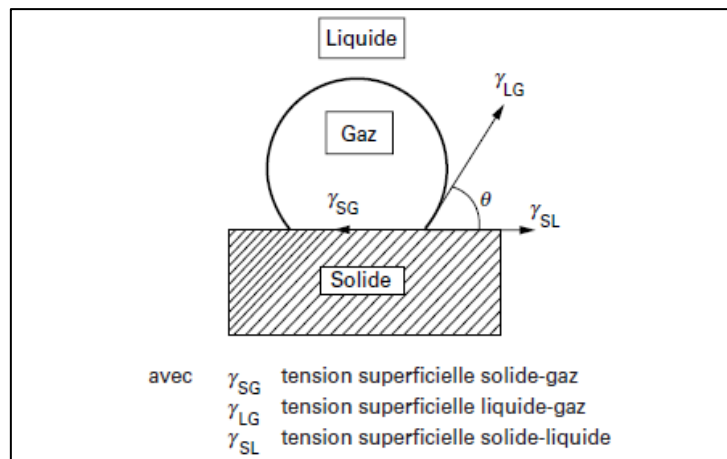


Figure II.2 : Angle de contact pour un système solide-liquide-gaz [10]

II.4.Flottaion des espèces minérales

Les principaux minéraux pouvant être séparés par flottation sont donnés par le tableau (II.1)

Tableau (II.1) : Minéraux pouvant être séparés par la technique de flottation [10].

Sulfures	Minéral
Galène	PbS
Blende	ZnS
Marmatite	$Zn_{1-x}Fe_xS$
Molybdénite	MoS_2
Pentlandite	$Ni_{1-x}Fe_xS$
Chalcocite	Cu_2S
Covellite	CuS
Chalcopyrite	$CuFeS_2$
Tennantite	$(Cu, Fe)_{12}As_4S_{13}$
Pyrite	FeS_2
Pyrrhotite	$Fe_{1-x}S$
Mispickel	FeAsS
Carbonates	
Calcite	$CaCO_3$
Dolomite	$(Mg, Ca)CO_3$
Magnésite	$MgCO_3$
Malachite	$Cu_2CO_3(OH)_2$
Céruosite	$PbCO_3$
Smithsonite	$ZnCO_3$

Fluorures	
Fluorine	CaF ₂
Phosphates	
Apatite	Ca ₅ (PO ₄) ₃ (OH, F)

II.5.Principaux paramètres de la flottation

La technique de flottation dépend d'un grand nombre de variables dont les plus importantes

On peut les diviser en trois catégories

- ❖ Les paramètres chimiques qui sont liés à la nature et à la dose des réactifs ainsi leur temps de conditionnement ;
- ❖ Les paramètres qui sont liés au type d'appareil utilisé, à la vitesse du rotor de l'appareil (pour les machines de flottation mécaniques) et au débit d'air ;
- ❖ Les paramètres liés à la préparation de la pulpe comprennent la nature du minéral, la dimension des particules, la densité de la pulpe, la température, le pH, etc. [12]

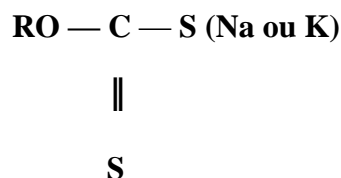
II.6.Réactifs de flottation des sulfures

II.6.1.Collecteurs de flottation

Les collecteurs utilisés industriellement sont des substances anioniques appartenant à la famille des thiosels. Ces produits, très sélectifs, sont les xanthates et les dithiophosphates. L'adsorption des collecteurs sur les sulfures est basée sur la stabilité des sels méta-thiol. Plus la chaîne hydrocarbonée est longue, plus le complexe formé sur la surface est stable et plus la récupération des espèces est facile. Autrement dit, le phénomène de flottation résulterait d'une adsorption chimique du surfactant ioniques le revêtement collecteur le moins soluble, donc le plus stable donnant les meilleurs résultats en flottation. [13]

En tant que collecteurs on utilise le plus souvent pour les minéraux sulfurés :

II.6.1.1.Xanthates



Avec : R : radical alcool.

Par ailleurs, un moussant ne doit pas posséder de pouvoir collecteur propre, les deux facteurs doivent être indépendants pour faciliter la régulation des unités [14].

Les moussants chimiques sont :

- ❖ L'huile de pin, avec une consommation de 20 - 80 g/tonne de minerai traité.
- ❖ Le crésol provient de la distillation du goudron de houille, Il est plus sélectif que l'huile de pin, avec une consommation de 50 - 200 g/t.

II.6.3. Déprimants (dépresseurs)

Les corps empêchent ou retardent la flottation de certains minéraux et permettent ainsi le déroulement de flottations sélectives. Les déprimants usuels sont :

- ❖ Le cyanure de sodium déprime la blende et la pyrite et est sans effet sur la galène.
- ❖ La chaux déprime la pyrite et tout en agissant faiblement vis à vis des autres sulfures.
- ❖ Les chromâtes et bichromates alcalins dépriment la blende et les sulfures de cuivre.
- ❖ Le silicate de soude déprime les gangues, ce qui est indispensable à la flottation des oxydes nécessitant des collecteurs très énergiques et permettant ainsi de faire remonter les gangues [14].

II.6.4. Activants

Ces corps ont la faculté de pouvoir augmenter l'action des collecteurs sur certains minéraux, ce sont surtout des sels, qui par double décomposition donnent, à la surface des minéraux, une pellicule réagissant avec les collecteurs.

Une addition de sulfate de cuivre permet à l'éthylxanthate d'agir sur la blende (par exemple).

II.6.5. Régulateurs

Ils sont destinés à :

- ❖ Précipiter des sels solubles qui nuisent à l'action des collecteurs (poisons de la flottation) : sels ferreux, ferriques, d'aluminium... etc.
- ❖ Adapter le pH de la pulpe, ce qui confère une grande influence sur le traitement; on utilise la chaux, le carbonate de soude et l'acide sulfurique.

II.7. Machines de flottation

II.7.1. Colonne de flottation

La colonne de flottation a été réalisée par Pierre Boutin et Rémi Tremblay au début des années 1960.

Ce dispositif est un simple tube avec une hauteur plus grande que la surface transversale. Il n'y a pas de partie mobile à l'intérieur de la colonne. On distingue deux zones différentes : la zone de collection et la zone d'écume. Ces zones se trouvent séparées par l'interface pulpe-

écume, laquelle détermine la longueur de chacune d'elles. L'appareil ainsi défini travaille à contre-courant : la pulpe est introduite aux deux tiers environ de la hauteur de l'appareil. Au bas de la colonne est injecté l'air par le générateur des bulles, qui cheminent à contre-courant de la pulpe. À la partie supérieure, une aspersion d'eau assure le lavage des mousses recueillies. [16]

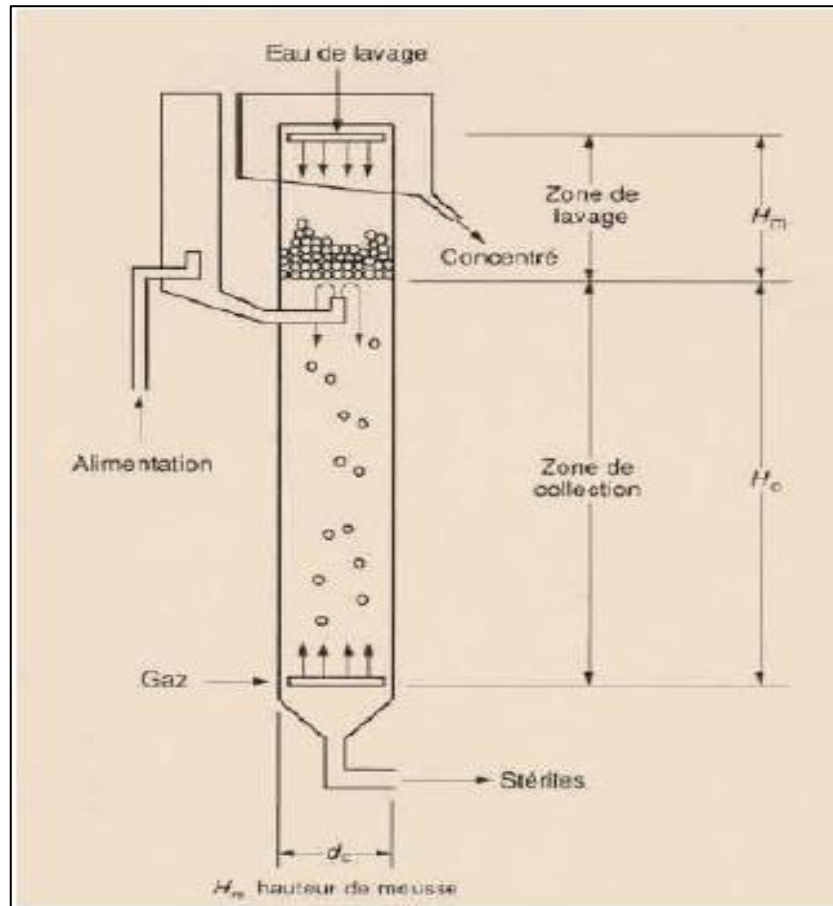


Figure II.3 : Schéma d'une colonne de flottation. [16]

Elles se différencient de plus par leur contenu d'air (10 à 25% pour la zone de collection et supérieur à 60% pour la zone d'écume). Les colonnes industrielles ont souvent une hauteur de 9 à 15m et un diamètre de 0.5 à 3m. La zone de collection est approximativement de 75 à 90% de la longueur totale. Un système de génération de bulles d'air est inclus à la base de la colonne et un débit d'eau de lavage est additionné au sommet pour pouvoir effectuer un nettoyage de la mousse (concentré). [12]

II.7.2 .Cellule de flottation

Couramment utilisée pour les processus primaires de séparation, elle peut être le résultat d'un dégagement gazeux à partir d'une fermentation par exemple. C'est le cas avec l'écume

dans les digesteurs qui peuvent contenir jusqu'à 20 à 40 % de solide en suspension (SS) même si leur densité est seulement de 0.7 ou 0.8 kg.l⁻¹. La flottation naturelle est améliorée si l'on injecte des bulles d'air dans la masse liquide. On utilise des aérateurs mécaniques en diffusant de fines bulles d'air afin d'éliminer les huiles. L'effet de transport de l'air dû aux bulles permet de pousser les particules à la surface du liquide dans le but de favoriser leur accumulation.

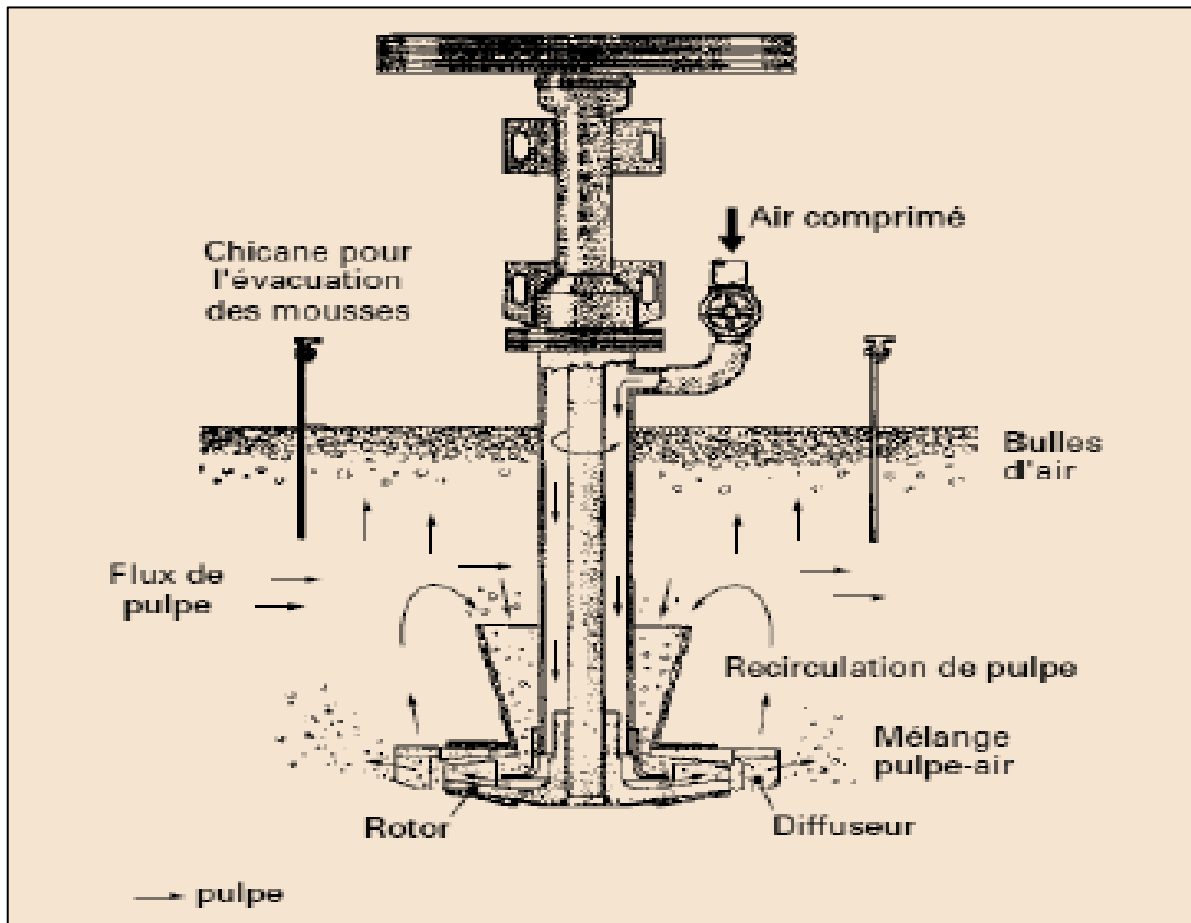


Figure II.4 : Cellule de flottation Denver Sala type DR ouvert [10].

II.8. Opérations de la flottation

En pratique, on utilise différents circuits de flottation en fonction des produits que l'on veut obtenir. On peut dénombrer en flottation les opérations suivantes :

II.8.1. Flottation Principale

Elle représente la première étape de la flottation. Son but consiste à séparer les différents groupes de minéraux [15]. On distingue :

II.8.1.a.Flottation Simple

C'est une flottation au cours de laquelle on ne récupère qu'un seul minéral à séparer (utile).

II.8.1.b.Flottation collective (globale)

C'est une flottation au cours de laquelle on récupère un concentré réunissant plusieurs minéraux utiles à séparer.

II.8.1.c.Flottation Semi- collective

C'est une flottation au cours de laquelle on récupère un produit contenant quelques minéraux utiles et d'autres flottables ultérieurement.

II.8.1.d. Flottation Sélective (différentielle)

C'est une flottation au cours de laquelle on récupère en premier lieu, pour les minerais polymétalliques, le minéral le plus facile à flotter, suivi d'un autre jusqu'à la séparation de l'ensemble des minéraux utiles.

II.8.2.Flottation de lavage

C'est une flottation qui concerne les concentrés grossiers de la flottation principale, afin d'améliorer la qualité, ainsi, plus le nombre de lavages est élevé, plus grande sera la teneur en minéral utile, tandis que l'on enregistrera une diminution de la récupération [15].

II.9.Rejets miniers

II.9.1. Définition du déchet

D'après la littérature le Code de l'environnement définit le déchet comme : « tout résidu issu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, matériau, produit, ou plus généralement tout bien meuble ou abandonné ou que son détenteur destine à l'abandon ».

II.9.2.Classification des déchets

De manière générale, les déchets sont classés selon les dangers qu'ils présentent. Nous pouvons alors les répertorier en trois catégories :

II.9.2.a.Déchets inertes

Il s'agit des déchets qui ne se décomposent pas, ne brûlent pas et ne produisent aucune réaction physique, chimique ou biologique de nature à nuire à l'environnement.

II.9.2.b.Déchets banals

Il s'agit des déchets de toute nature qui ne sont ni inertes ni dangereux.

II.9.2.c.Déchets dangereux

Il s'agit des déchets qui contiennent des substances dangereuses pour l'homme et pour l'environnement. Ils sont directement nocifs ou toxiques, corrosifs, explosifs ou inflammables.

Ils peuvent nuire à l'environnement et à la santé lorsqu'ils sont stockés ou traités de façon inappropriée. Leur élimination nécessite des traitements particuliers dans des centres spécialisés [17].

II.9.3. Types de résidus miniers

Nous pouvons classer les principaux types de résidus miniers en quatre grands groupes :

- ❖ Les stériles francs de découverte et/ou de traçage de galerie ;
- ❖ Les résidus d'exploitation (stériles francs et/ou stériles de sélectivité minéralisés) ;
- ❖ Les résidus de traitement (rejets de l'usine de concentration) ;
- ❖ Les autres résidus (scories de grillage ou de fusion du minerai) [18].

II.9.4. Risques des rejets miniers sur l'environnement

Une mine en opération génère différents types de rejets solides, notamment les rejets de concentrateur, les stériles, les boues de traitement et d'autres types de déchets reliés, de nature industrielle. Soulignons que, dans le cas des mines souterraines, ce sont les résidus de procédés de traitement minéralurgique du minerai qui sont les plus problématiques (quantité et potentiel polluant).

Dans ces situations, des infrastructures coûteuses (digues de retenue, usine de traitement des eaux, recouvrements...) doivent être mises en place pour assurer la gestion et la restauration des sites. Bien que très préoccupés par la productivité des opérations, les dirigeants des opérations minières adoptent, en général, une attitude responsable vis-à-vis de la préservation du patrimoine écologique [19].

II.9.4.a. Drainage minier acide DMA

Les déchets miniers de type sulfures métalliques telles la pyrite (FeS_2), les chalcopyrites (CuFeS_2), la sphalérite (ZnS) ou la galène (PbS) sont généralement sources d'un problème environnemental majeur lié à la production de drainage minier acide (DMA) résultant de l'oxydation des sulfures [20].

Ces deux dernières décennies, la prise de conscience généralisée d'un problème environnemental dans le secteur minier, le « drainage acide » ou DA, s'est renforcée.

Le DA est associé aux minerais sulfurés dont on extrait le plomb, le zinc, le cuivre, l'or et d'autres minéraux, y compris du charbon. Ce phénomène peut se produire sur les parois riches en sulfures des puits et des mines souterraines.

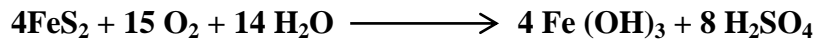
Les principales origines de ce problème environnemental sont les suivantes :

- ❖ la présence fréquente de sulfures métalliques dans les résidus et/ou stériles;
- ❖ l'oxydation des sulfures lorsqu'ils sont exposés à l'oxygène et à l'eau;

- ❖ la formation d'un lixiviat acide chargé en métaux par oxydation des sulfures;
- ❖ la formation de ce lixiviat durant de longues périodes;
- ❖ le manque de minéraux capables de neutraliser l'acidité [21].

➤ **Réactions principales de DMA**

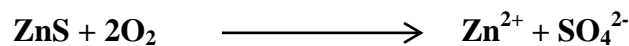
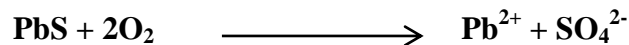
Les principales réactions chimiques qui sont susceptible de générer de l'acide sulfurique sont l'oxydation du fer et du soufre de la pyrite.



L'acidification des milieux miniers par de l'acide sulfurique a eu pour effet de solubiliser les métaux lourds et de les déplacer au travers des bassins versants qui drainent le ruisseau. Ce processus est nommé le drainage minier acide (DMA) [22].

II.9.4.b. Contamination des sols par les métaux lourds

La galène et la sphalérite constituent, respectivement, les sources principales de contamination par le Pb et le Zn dans cette région minière. En présence d'oxygène, la galène et la sphalérite peuvent produire le Pb^{2+} , Zn^{2+} , (Cd^{2+}) et le $(\text{SO}_4)^{2-}$ selon les réactions suivantes :



L'entraînement des ions Pb, Zn et Cd peut être à l'origine de la contamination des eaux, de la végétation et des sols des environs miniers [23]. Quelques effets des rejets miniers sont illustrés dans la figure II.5.



(a)

(b)

Figure II.5 : (a) mine Laronde, Canada, halde à stérile oxydée, (b) contamination d'un ruisseau par le drainage minier acide au site abandonné d'Aldermac [24].

II.10. Quelques solutions pour réduire ou limiter les impacts des rejets miniers sur l'environnement

II.10.1. Dépollution et L'imperméabilisation

En principe, les rejets oxydés sont moins dangereux pour l'environnement que les rejets sulfurés. Les premiers proviennent de minerais extraits près de la surface et sont souvent stables chimiquement au contact de l'air et de l'eau.

Par contre, les minerais sulfurés sont extraits de mines souterraines. Leur extraction de la mine où ils étalent dans un milieu anaérobie stable vers la surface, a un Impact non négligeable si aucune précaution n'est prise pour empêcher leur oxydation au contact de l'air et de l'eau. Cette oxydation entraîne en effet le déclenchement de réactions responsables du drainage minier acide (DMA) qui génère des solutions acides et oxydantes, chargées en cations métalliques (dont le fer ferrique) et en anions (tels que sulfates et arsénates). Ce drainage acide mobilise des sulfates et oxydes métalliques avec comme conséquence la dispersion des éléments traces métalliques (ETM) dans l'environnement.

La restauration des sites de stockage des rejets acidogènes et non acidogènes est Indispensable. L'objectif principal de cette opération est de minimiser les risques sur l'environnement. A cet effet, Il faut remettre le site dans un état visuellement acceptable pour la collectivité et dans un état compatible avec l'usage futur dans le but d'éliminer les risques Inacceptables pour la santé et d'assurer ainsi la sécurité des personnes. Pour limiter ces Impacts environnementaux et protéger la santé de la population, les solutions envisageables

sont la dépollution des résidus miniers, leur réutilisation ou leur stabilisation par des moyens physiques, imperméabilisation et/ou chimiques, insolubilisation.

II.10.1.a.Dépollution

La dépollution peut se faire in situ par lixiviation chimique des métaux lourds contenus ou ex situ par flottation. La flottation semble être facile à réaliser et moins coûteuse. La réutilisation de ces rejets se fait comme charge dans les matériaux de construction.

II.10.1.b.Imperméabilisation

C'est une solution qui est préconisée par certains auteurs (Raj K et Anil K. 2000 : Newman P.. 2003 : Li M.S. 2005). Ils proposent la stabilisation des tallings en recouvrant leur surface d'une couche géotextile imperméable, ce qui réduit les infiltrations des eaux de percolation. De plus, la revégétalisation en surface empêcherait toute forme d'érosion [25].

II.10.2.Utilisations potentielles des rejets de carbonate-apatite

Il existe une variété très importante de matériel fertilisant à base de phosphore. La roche phosphatée naturelle d'une teneur moyenne de 30% en P_2O_5 , constitue généralement la matière première pour la fabrication d'engrais phosphores. Celle-ci doit tout d'abord subir un traitement à l'acide pour solubiliser le minéral de phosphore présent.

L'acide phosphorique impur découlant de ce procédé est combiné à de l'ammoniaque pour former une gamme de fertilisant de type complexe.

D'autres engrais à base de phosphores sont utilisés à plus ou moins grande échelle à travers le monde à partir de roches phosphatées et de roches magnésiennes [26].

II.10.3.Désulfuration environnementale couplée au remblayage

La désulfuration est un procédé de plus en plus proposé comme une méthode alternative environnementale et économique pour la gestion des résidus miniers. L'objectif est d'utiliser la fraction (concentré de flottation) génératrice de drainage minier acide issue de la désulfuration dans la fabrication du remblai en pâte.

De nouvelles techniques de gestion des rejets miniers ont donc vu le jour au cours des dernières années. Certaines d'entre elles s'inscrivent dans la perspective de réaliser une gestion intégrée des résidus miniers. L'utilisation des remblais cimentés, avec les résidus de concentrateurs et/ou les stériles rocheux, est l'une de ces techniques. Le remblai en pâte est plus utilisé actuellement. Son emploi permet de retourner sous terre des quantités importantes de résidus (de l'ordre de 50 % du total produit) en plus de créer un support de terrain additionnel, améliorant la productivité de l'exploitation souterraine. Le remblai en pâte peut

aussi être utilisé comme mode de disposition en surface, dans le but de contrôler la production de contaminants.

❖ **Désulfuration environnementale**

C'est une technique actuellement en développement qui s'inscrit dans la perspective d'une gestion intégrée des résidus [19] et l'émergence de nouvelles techniques de gestion des rejets de concentrateur, notamment, par intégration au circuit de traitement minérale. La principale technique consiste à extraire la quantité optimale de minéraux responsables de génération du drainage acide et la pollution métallique des effluents (les sulfures), avant la sortie du concentrateur minier, et donc avant son dépôt en surface dans les aires d'accumulation. Il s'agit de retirer suffisamment de sulfures pour que le résidu final possède un équilibre, tel qu'il ne soit pas générateur d'acide [24].

Il serait possible de combiner le remblai en pâte à la désulfuration et à la valorisation des divers sous-produits.

❖ **Remblayage**

Constitue aujourd'hui, et constituera encore plus dans le futur, une composante vitale des exploitations minières souterraines. Les remblais cimentés sont des mélanges de rejets miniers (résidus pour le remblai en pâte et stérile pour le remblai rocheux), de liants hydrauliques pour assurer une certaine cohésion mécanique et d'eau pour le gâchage du ciment et pour faciliter le transport du mélange. Chacune des trois constituantes majeures joue un rôle prépondérant, conditionnant ainsi les performances des remblais cimentés. Par ailleurs, ces derniers constituent un matériau complexe, en perpétuelle évolution, depuis sa fabrication, durant son transport, lors de sa mise en place (sous terre ou en surface) et durant les différentes étapes de curage [19].

Conclusion

Le procédé d'enrichissement du minerai Pb/Zn génère de grandes quantités de rejets chargés en métaux lourds, cela présente une grande menace pour l'environnement. En effet c'est pour cette raison qu'on s'est intéressé à ce rejet tout en essayant de le caractériser afin de le valoriser.



Chapitre III
Matériels et Méthodes

Chapitre III. Matériels et méthodes

L'objectif de ce chapitre est de présenter le matériel et les réactifs utilisés, ainsi que les techniques de traitement appliquées au minerai Pb/Zn, on s'intéressera aussi des méthodes d'analyses utilisées pour caractériser le minerai et le rejet de la flottation.

III.1. Matériels et réactifs

III.1.1. Matériels

❖ Concasseur à mâchoire de laboratoire

L'appareil utilisé est un concasseur à mâchoire de laboratoire de marque BABITLESS.

Le principe de fonctionnement de ce type de machine est le suivant :

➤ Principe de fonctionnement et description

Dans ces appareils, le matériau est écrasé entre deux mâchoires verticales, l'une mobile et l'autre fixe. Le passage du matériau à travers l'appareil se fait par gravité [27].

❖ Concasseur à cylindre

Pour réaliser le deuxième étage de concassage un concasseur semi industriel à cylindre a été utilisé, son principe de fonctionnement est le suivant :

❖ Principe de fonctionnement et description

Ils sont constitués de deux cylindres tournant en sens inverse autour de deux axes parallèles. Le passage du matériau à travers l'appareil se fait par gravité, l'action principale de concassage est due à l'écrasement [27].



Figure III.1 : Concasseur à cylindre

- ❖ **Broyeur** : un broyeur semi industriel à boulets a été utilisé avec une vitesse de rotation de 60 tr/min et un temps de broyage de 35 min. la charge broyante utilisés était 3 fois la masse du minerai.



Figure III.2 : Broyeur à boulets

- ❖ **Balance analytique** : balance analytique de marque KERN PCB, précision $\pm 0,001$ g.
- ❖ **Tamiseuse**: une tamiseuse de marque RETCSH équipée d'une série de tamis de norme AFNOR de différents ouvertures de mailles.



Figure III.3 : Tamiseuse de type RETCH

- ❖ **pH mètre** : Le pH-mètre est généralement constitué d'un boîtier électronique permettant l'affichage de la valeur numérique du pH et d'une électrode de verre permettant la mesure et d'une électrode de référence.
- ❖ **Conductimètre** : le conductimètre est généralement constitué d'un boîtier électronique permettant l'affichage de la valeur numérique de la conductivité électrique et d'une cellule conductimétrique permettant la mesure de la conductivité électrique.

❖ **Plaque chauffante** : pour réaliser les attaques acides des concentrés qui sont soumis à une agitation mécanique et une température de (120°C).

❖ **Diviseur rotatif**

Cet appareil permet de diviser une quantité de minerai donnée en plusieurs parties représentatives et homogènes en utilisant un appareil spécifique qu'on nomme le diviseur rotatif. Le minerai est déposé sur une goulotte d'alimentation de vitesse réglable qui permet de transporter le minerai vers la couronne dont la vitesse de rotation est réglable à son tour. Cette dernière est responsable de la répartition de l'échantillon sur les récipients. A la fin de l'opération, tous les récipients sont homogènes et représentatifs et peuvent être objet d'analyses et diverses manipulations nécessaires.



Figure III.4: Diviseur rotatif

❖ **Cellule de flottation** :

La cellule de flottation (type Denver D12), d'une capacité de 1 L et composée de composants suivant :

- ✓ Récipient collecteur de concentré ;
- ✓ Raclette ;
- ✓ Moteur d'agitation ;
- ✓ Robinet d'aspiration d'air ;
- ✓ Cellule de flottation ;
- ✓ Agitateur ;



Figure III.5 : Photo d'une cellule de flottation DENVER.

III.1.2. Réactifs

a. Réactifs chimiques pour attaque acide

Acide chlorhydrique (HCl), pureté 37%.

Acide nitrique (HNO_3), pureté 52%.

b. Réactifs utilisés pour les courbes d'étalonnage

Nitrates de plomb (PbNO_3), pureté 99,5%.

Chlorures de zinc (ZnCl_2), pureté 99%.

b. Réactifs nécessaires pour la flottation du Pb/Zn

Tous les réactifs utilisés sont englobés sur le tableau III.1 suivant :

Tableau.III.1 : Les réactifs nécessaires pour la flottation du Pb/Zn

Réactifs	Soude (NaOH)	Chaux Ca(OH) ₂	Sulfate de Zinc (ZnSO ₄)	Sulfates de Cuivre (CuSO ₄)	Ethyl Xanthate	Isobutyle Xanthate	Huile de Pin
Rôle	Régulateur de PH	Déprimant de la pyrite	Déprimant de Zinc	Activant de Zinc	Collecteur	Collecteur	Moussant
Mode D'injection	Liquide	Tel qu'elle est	Liquide	Liquide	Liquide	Liquide	Liquide
Concentration En eau	01 M (molarité)		01% (massique)	01% (massique)	01% (massique)	01% (massique)	

III.1.3.Matières premières :

a. Minerai du Pb/Zn :

Le minerai utilisé est contenu dans des sacs qui nous ont été fournis par l'ORGM sous forme de carottes cylindriques du minerai provenant du sondage 94. Le numéro du sondage ainsi que la profondeur sont mentionnés sur ces sacs.

b. Le rejet

C'est un rejet issu de l'enrichissement du minerai Pb/Zn d'Amizour par flottation. Ce rejet est une poudre de couleur grise, riche en silice, alumine et carbonates, ainsi en métaux lourds nocifs à la santé humaine et à l'environnement.

III.2. Techniques de traitement du minerai

III.2.1. Traitement mécanique du minerai

La matière première sous forme d'échantillons carottés, ces dernières sont prélevées lors du forage de trous de prospections dans des secteurs choisis.

Le forage dans un secteur type, dénommé « sondage » est suivi d'un numéro caractérisant de secteur, nos échantillons proviennent du sondage 94.

La préparation mécanique du minerai consiste essentiellement à réduire les dimensions de celui-ci jusqu'à des éléments de plus petit volume unitaire, par concassage, homogénéisation et broyage.

Le but de ces réductions est de faciliter le mélange, la dissolution et les réactions physico-chimiques dont l'efficacité est fonction de l'importance de la surface exposée.

a. Concassage

L'échantillon de taille assez importante est soumis à un concassage en deux étages le premier dit primaire à l'aide d'un concasseur à mâchoire de laboratoire, les fragments de taille importante seront reconcassés pour diminuer leur tailles, Le deuxième étage de concassage dit secondaire est effectué en utilisant un concasseur à cylindre semi industriel qui délivre des particules d'environ 1mm de diamètre.

b. Broyage

Le broyage du minerai a pour but la détermination de la maille de libération. Il doit être suffisamment poussé pour libérer les particules métallifères unitaires du stérile. Le broyeur utilisé est un broyeur semi industriel à boulets, dans lequel le broyage s'effectue par choc et par friction.

c. Homogénéisation

C'est un procédé mécanique qui consiste à mélanger l'échantillon de manière à le rendre homogène.

d. Quartage

Le quartage est un mode de prélèvement d'une masse déterminé à partir d'une grande quantité de minerai. À chaque opération de quartage l'échantillon est réduit de moitié.

Pour notre cas nous avons utilisé un Diviseur rotatif qui homogénéise et dévise l'échantillon en huites quantités de masses égales tout en respectant les inégalités suivantes :

$$Q_i > K d^2$$

$$M < Q/Kd^2$$

$$M = 2^n$$

Avec :

Q_i : la masse initiale ;

d : diamètre initial du plus gros grain ;

n : nombre de quartage ;

K : coefficient de répartition de la minéralisation ($K=0.1$) ;

M : la masse obtenue après quartage;

e. Représentativité de l'échantillon

La représentativité d'un échantillon est déterminée par la loi de RECHARDSE:

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

$Q \geq Kd^2 \Rightarrow p \geq p'$ la loi de RECHARDSE est vérifiée donc l'échantillon est représentatif.

f. L'analyse dimensionnelle du minerai

Les techniques d'analyse granulométrique sont multiples. Elles sont basées sur des principes variés : séparation mécanique (tamisage) ou par l'intermédiaire d'un fluide, gaz ou liquide, variation de résistance électrique, imagerie, diffraction ou absorption de rayonnement [28]. L'analyse granulométrique peut être effectuée par Tamisage du minerai concassé.

❖ Analyse granulométrique par tamisage (voie sèche)

Après avoir concassé le minerai à un diamètre d'environ 2mm et pour avoir un échantillon représentatif, une série d'opérations de quartage a été faite on utilisant un diviseur rotatif qui divise l'échantillon en huites parties de masses égales. Tout en vérifiant la loi de Recharlse, une masse de 100g a été prise pour l'analyse.

Le tamisage consiste à répartir les grains d'échantillon brut à travers une série de tamis de norme AFNOR (2.0, 1.0, 0.8, 0.630, 0.315, 0.100, 0.080, 0.063 mm) de plus en plus de petites ouvertures allant de 2mm jusqu'à 63µm. Ces ouvertures sont formées par des mailles carrées faites dans des toiles métalliques (cas de tamisage par voie sèche).

❖ Courbe granulométrique

Après la pesée des refus de chaque tamis, on calcule les rendements pondéraux refus, puis les rendements cumulés refus/tamisât, ces calculs nous permettent de tracer la courbe granulométrique.

A partir de la courbe granulométrique on tire plusieurs informations sur la nature de notre poudre parmi lesquelles :

D_{10} : représente le diamètre de la maille du tamis qui permet le passage de 10% du matériau de départ [6].

D_{30} : représente le diamètre de la maille du tamis qui permet le passage de 30% du matériau de départ.

D_{50} : représente le diamètre de la maille du tamis qui permet le passage de 50% du matériau de départ.

D_{60} : représente le diamètre de la maille du tamis qui permet le passage de 60% du matériau de départ.

D_{80} : représente le diamètre de la maille du tamis qui permet le passage de 80% du matériau de départ.

❖ Coefficient de HAZEN (coefficient d'uniformité)

Le coefficient de HAZEN permet de savoir si la granulométrie est étalée ou serrée (Uniforme) [6]. Ce coefficient est défini par la relation suivante:

$$C_U = D_{60} / D_{10}$$

C_U : Le coefficient de HAZEN ;

d'après CAQUOT et KERISEL

Si $C_U < 2$: La granulométrie est serrée (uniforme);

Si $C_U > 2$: La granulométrie est étalée.

❖ Coefficient de courbure

Le coefficient de courbure vient en complément de coefficient de HAZEN dans la classification des sols. Afin de déterminer si la granulométrie est bien graduée (un sol est mal gradué si une fraction des grains prédomine [6]). Le coefficient de courbure est donné par

L'équation suivante :

$$C_C = (D_{30})^2 / D_{10} \cdot D_{60}$$

C_C : le coefficient de courbure :

Si $1 < C_C < 3$: La granulométrie est bien graduée (continuité bien répartie) ;

Si $C_C < 1$ et $C_C > 3$: La granulométrie est mal graduée (continuité mal répartie) ;

g. Optimisation du temps de broyage

Consiste à évaluer l'efficacité de broyage par détermination du temps optimal de broyage en faisant passer le minerai broyé à travers un tamis de 100 μm , le temps optimal est celui qui correspond au passage de 80% au moins de la matière broyée .

Après qu'on détermine le temps optimal de broyage on continuera le broyage du reste de l'échantillon on fixant la durée de cette opération à cette valeur.

III.2.2. Enrichissement du minerai par flottation sélective

La notion de sélectivité signifie que nous n'avons pas à faire à un seul minéral utile. La flottation sélective permet de valoriser plus d'un minéral à partir d'un minerai donné.

III.2.2.1. Préparation des expériences

❖ Cellule de flottation

La cellule de flottation doit être remplie d'eau distillée, puis on ajoute le minerai de façon à obtenir une pulpe d'environ 20% en solide. Dans notre cas, l'essai comprend 200g de minerai pour 1L d'eau distillée.

III.2.2.2. Préparation de l'échantillon, minerai et les réactifs

a. Minerai

La quantité de minerai utilisée doit avoir une granulométrie $< 100 \mu\text{m}$ comme exigence du traitement par flottation.

Pour nos expériences un seul essai de flottation nécessite 200 g de minerai, cette quantité est choisie, pour être en accord avec le rapport liquide/solide de la pulpe, vu que le volume de la cellule est de 1L, nous tenons à signaler qu'avant d'entamer chaque essai, on prépare la quantité juste suffisante qu'on analyse pour connaître la teneur à l'origine en Pb et en Zn.

b. Réactifs nécessaires pour la flottation du Pb/Zn

Tous les réactifs utilisés sont englobés sur le tableau III.1 ci-dessus.

III.2.2.2. Description de déroulement de l'essai de flottation sélective

On distingue trois phases durant cette opération :

❖ Phase d'humidification :

- Introduction de 200 g d'échantillon.
- Ajout de l'eau distillée jusqu'au repère du niveau supérieur de la cellule.
- Mettre l'appareil en marche en laissant le robinet d'admission d'air fermé.
- Introduire 0,8 g de chaux l'équivalent de 4000 g/t.
- Ajuster le milieu à pH = 09 à l'aide de NaOH.

On laisse ainsi durer cette phase de conditionnement pendant 15 mn.

❖ Phase de flottation de Pb :

Ajout de déprimant approprié du sulfate de zinc (ZnSO_4 à raison de 500 g/t de minerai qu'on introduit sous forme de solution préparée à 1% l'équivalent de 10 ml.

- l'ajout de collecteur éthyle xanthate à raison de 200 g/t qu'on introduit sous forme de solution préparée à 1% l'équivalent de 4 ml.
- Ajuster le pH = 09 à l'aide de NaOH.

- Ajout de moussant (2 gouttes d'huile de pin).
- Ouvrir le robinet tout en commençant à collecter le surnageant concentré de Pb.

On arrête cette phase après 20 mn de flottation par le biais de fermeture du robinet d'injection d'air, le concentré de Pb ainsi obtenu est filtré puis séché ensuite pesé pour être ultérieurement analysé par SAA.

Phase de flottation du Zinc

- Ajout de l'activant de sulfate de cuivre (CuSO_4) à raison de 500 g/t sous forme de solution préparée à 1%, l'équivalent de 10 ml.
- Ajuster le pH= 10 à l'aide de NaOH.
- Ajout du collecteur approprié notamment isobutyle xanthate à raison de 200 g/t sous forme de solution préparée à 1% l'équivalent de 4 ml.
- Ajout de moussant le même que précédemment.

On arrête l'opération après 20mn de flottation en fermant le robinet d'air et on éteint l'appareil.

Le concentré zinc est filtré et séché puis analysé par SAA.

On récupère le rejet de flottation (reste de la cellule) ensuite on le filtre et on le sèche pour l'analyser par SAA.

Le protocole d'essai de flottation est résumé dans la figure III.6 ci-dessous :

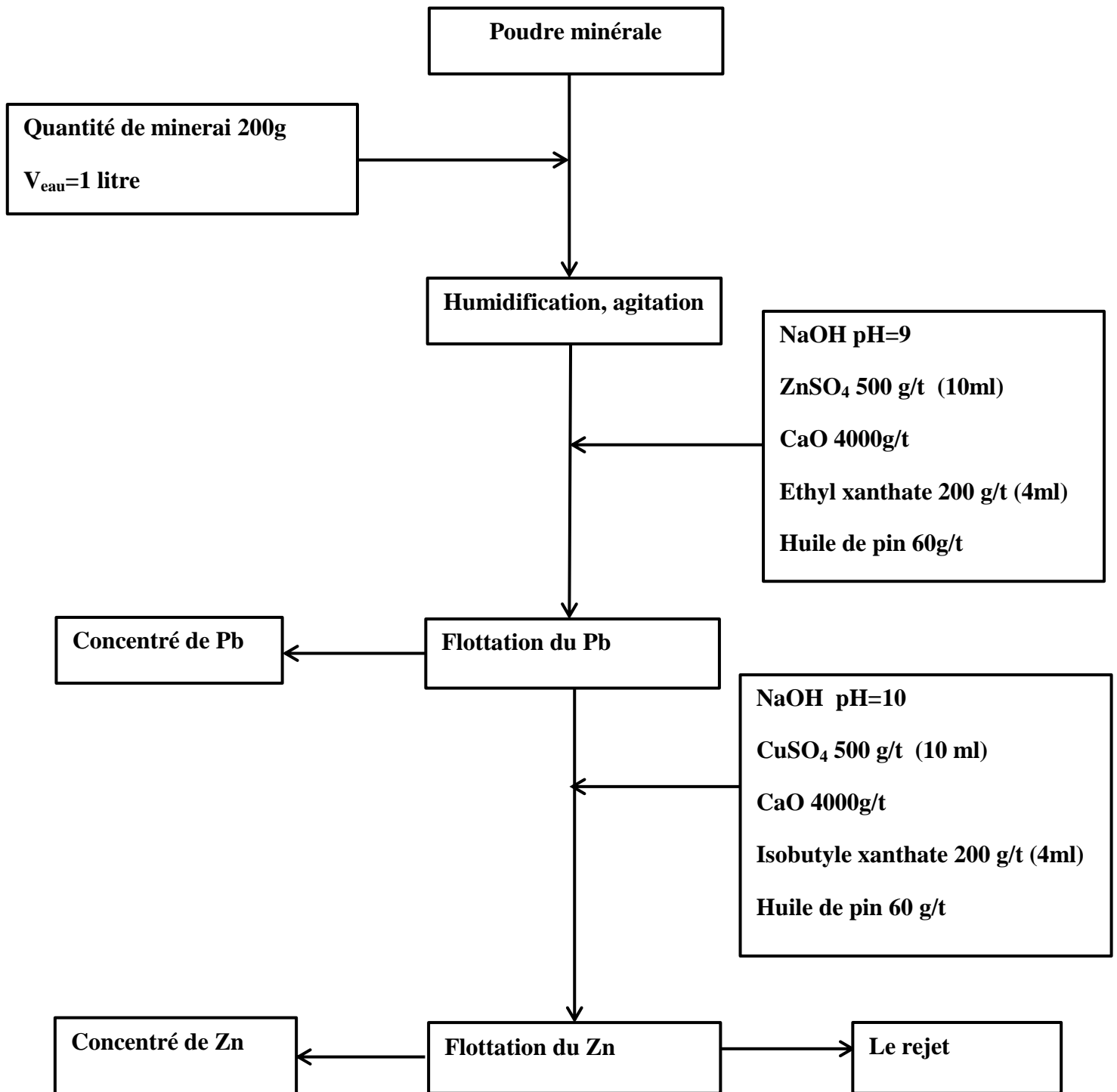


Figure III.6 : Protocole de flottation sélective de Pb/Zn du minerai d'Amizour

III.3.Méthodes d'analyses

III.3.1. Spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA)

L'absorption atomique permet de doser environ 70 éléments à des concentrations faibles. Son champ d'application est donc considérable et son utilité est d'autant plus grande que cette méthode accepte des échantillons se présentant sous des formes très variées, elle s'applique de manière courante à l'analyse élémentaire des solutions aqueuses ou organiques.

La simplicité de la méthode conduit surtout pour des analyses de séries, à des prix de revient particulièrement intéressants [29].

a. Principe

La SAA est basée sur le principe qu'une population d'atomes à l'état E_0 peut absorber des photons d'énergie $h\nu$ et qu'une estimation du nombre de photons absorbés peut être reliée à la concentration de l'élément dans la solution à analyser. En SAA, le phénomène d'absorption se visualise lorsque la radiation caractéristique d'un élément traverse un nuage de vapeur atomique du même élément. Le spectromètre se compose d'une source lumineuse qui émet un rayonnement à une longueur d'onde spécifique de l'élément à analyser. La solution à analyser est aspirée par effet venturi via un nébuliseur qui projette en fines gouttelettes la solution dans le brûleur, dont la flamme très chaude sert d'atomiseur. Les atomes excités par la source absorbent son énergie. La disparition du signal est répercutée via des systèmes optiques puis détectée et amplifiée. On mesure une absorbance. La figure III.7 schématise ce principe.

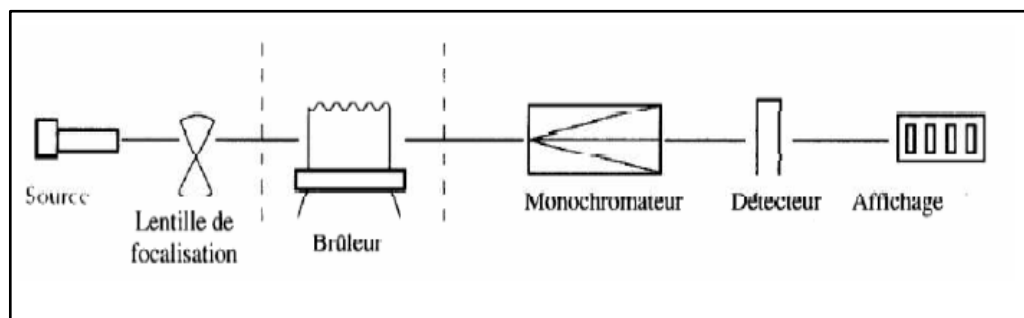


Figure III.7 : Schéma de principe fonctionnement de la SAA.

L'intensité de l'absorption atomique qui est proportionnelle au nombre d'éléments atomisés et excités, répond à la loi de Beer-Lambert selon laquelle :

$$A = \log_{10} (I/I_0) = K.N_0.l$$

Avec

I_0 et I : intensités de la lumière incidente et de la lumière transmise ;

K : coefficient définissant la capacité des atomes à produire des transitions électroniques ($\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$) ;

N_0 : nombre d'atomes à l'état fondamental par unité de volume (mol.l^{-1}),

l : épaisseur d'absorption (cm) [30].

Cette loi n'est vraie que pour un domaine fini de concentrations. Dans la pratique, on observe souvent une saturation de l'absorbance pour les fortes concentrations [31].

III.3.2. Diffraction des rayons X

Pour cette caractérisation, les échantillons se présentent le plus généralement sous forme de poudres ou de pastilles. La diffraction des rayons permet d'analyser la pureté de l'échantillon, le cas échéant d'identifier les impuretés présentes et de délimiter le domaine d'existence des différentes solutions solides étudiées. Cette analyse est réalisée à l'aide d'un diffractomètre de rayons X générés par une anticathode généralement en cuivre (figure III.8). Le rayonnement $K\alpha$ de l'anticathode dans le domaine angulaire choisi [28].

❖ Principe

La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon en poudre avec des rayons X, et à regarder l'intensité des rayons X qui sont diffusés selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc les maxima dans certaine direction ; on parle de phénomène de « diffraction ». Les diffractogrammes sont caractéristiques des phases cristallisées et permettent de les identifier. La relation entre l'angle de diffraction et la distance interatomique du réseau cristallin est donnée par la loi de BRAGG:

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

Ou λ représente la longueur d'onde du rayonnement X monochromatique, d_{hkl} la distance intermoléculaire entre plans cristallins (h,k,l), θ le demi angle de diffraction et n l'ordre de la réflexion.

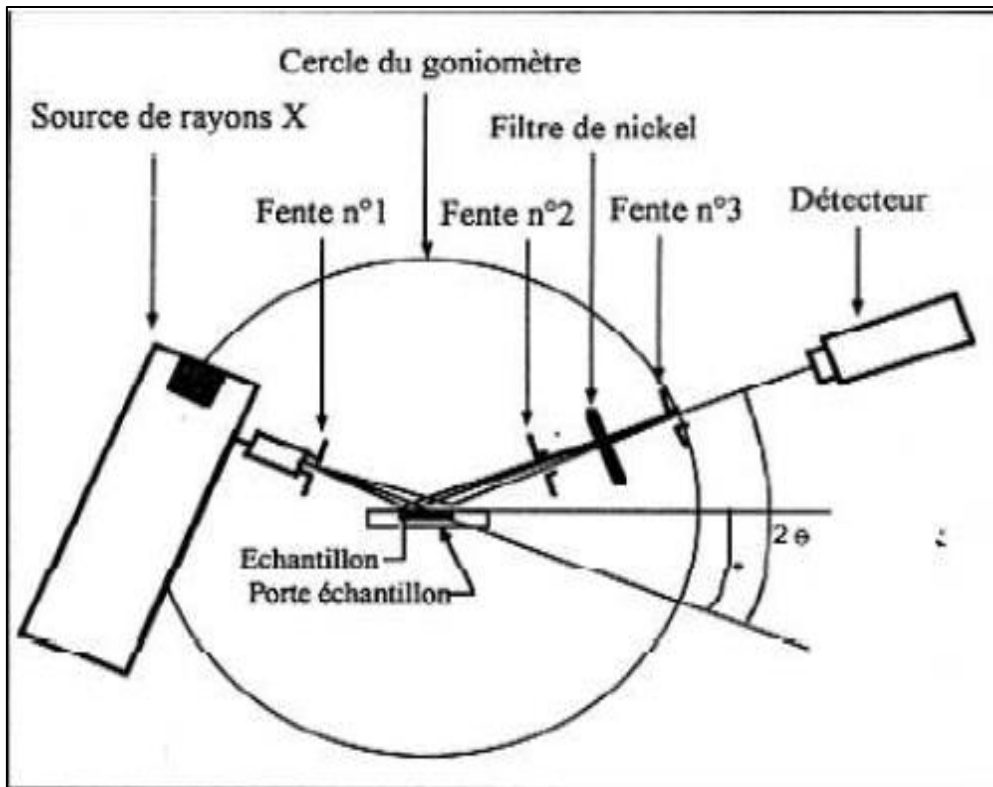


Figure III.8 : Schéma du principe du diffractomètre des rayons X [28].



(a)

(b)

Figure III.9 : (a), (b) diffractomètre des rayons X

III.3.3.Spectrométrie de fluorescence X

La fluorescence X est une méthode spectrale d'analyse qui exploite la fluorescence des atomes dans le domaine des rayons X, afin d'obtenir des renseignements quantitatifs sur la composition élémentaire d'un échantillon solide. Lorsqu'un échantillon est irradié avec une source de photons à grande énergie (5 à 60 keV), une photoluminescence située dans le domaine des rayons X, caractéristique des éléments présents, est émise par ce dernier. Cette fluorescence, perpendiculaire au faisceau primaire, se diffracte alors sur un cristal analyseur selon la loi de Bragg:

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

Les éléments concernés sont:

SiO₂, Fe₂O₃, Al₂O₃, CaO, MgO, K₂O, Na₂O,etc.

Au total il y a 13 Oxydes [6].

III.3.4.Analyses thermiques

Une substance soumise à un traitement thermique peut subir des modifications de ses propriétés physico-chimiques, par exemple un changement de phase, une modification de structure, une décomposition, une variation de volume, etc....

L'analyse thermique permet d'observer ces modifications en fonction de la température. Parmi les techniques mises en œuvre, on peut citer l'analyse thermique différentielle (ATD), l'analyse thermogravimétrique (ATG) et l'analyse dilatométrique [28].

III.3.4.1.Analyse Thermique Différentielle (ATD)

L'analyse thermique différentielle (ATD) est une méthode que nous avons utilisée pour déterminer les températures correspondantes à des modifications du matériau en fonction du traitement thermique. Elle consiste à mesurer la différence de température entre un échantillon (Te) et une référence (Tr) (matériau inerte thermiquement) en fonction du temps ou de la température, lorsqu'ils sont soumis à une variation programmée de température, sous atmosphère contrôlée. D'une manière générale, les transitions de phase et l'évaporation de solvants se traduisent par des pics endothermiques. Par contre, la cristallisation, l'oxydation et certaines réactions de décomposition se caractérisent par des pics exothermiques. L'ATD est généralement associé à une analyse thermogravimétrique (ATG) [33].

III.3.4.2.Analyse thermogravimétrique (ATG)

Le principe consiste à suivre en continu la variation de la masse d'un échantillon en fonction de la température de traitement thermique. Cette variation de masse peut être une perte de masse (telle que l'émission de vapeurs) ou un gain de masse lors de la fixation de gaz

par exemple [33] la figure III.10 (a) représente un appareil thermogravimétrique avec son principe illustré par la figure III.10 (b) .

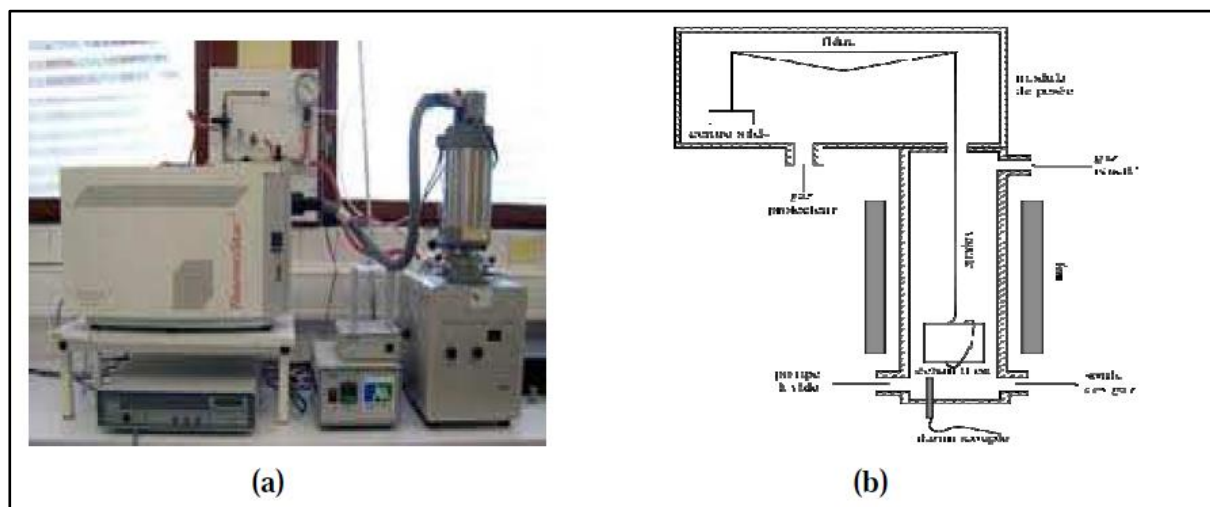


Figure III.10: (a) appareil thermogravimétrique. (b) Schéma du principe d'un appareil Thermogravimétrique

III.3.5. Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge permet de déterminer la présence de groupements fonctionnels dans les molécules organiques. Le principe de cette méthode consiste à mesurer la quantité de lumière absorbée par un matériau en fonction de la longueur d'onde lors d'une interaction entre la radiation électromagnétique et la matière [34].

❖ Principe

La lumière infrarouge est un rayonnement électromagnétique ; il possède donc toutes ses propriétés fondamentales : propagation, réflexion, réfraction, interférences, diffraction, diffusion, polarisation... Il est situé dans une région spectrale invisible à l'œil humain, entre les radiations rouges de la lumière visible et les micro-ondes ($0,78\mu\text{m} < X < 1000\mu\text{m}$). L'IR est subdivisé en 3 régions : IR proche (de $2,5$ à $1,7 \mu\text{m}$ ou de 5882 à 4000 cm^{-1}), IR moyen (28 à $2,5 \mu\text{m}$ ou de 4000 à 357 cm^{-1}) et IR lointain ($28\mu\text{m}$ à $2000\mu\text{m}$ ou 357 à 5 cm^{-1}).

D'une façon générale la transmission du rayonnement infrarouge par la matière va dépendre de très nombreux facteurs et en particulier de l'absorption propre à chacun des matériaux traversés, de leur épaisseur, ou, pour les gaz et les liquides de leur concentration (donc de la température et de la pression)... Il en résulte que chacun de ces matériaux possède des zones d'absorptions spécifiques qui correspondent à certains modes de vibration moléculaires. L'intensité incidente du rayonnement I_0 est alors atténuée au cours de la transmission du rayonnement. L'intensité transmise I est donnée par la loi de Beer-Lambert :

$$I = I_0 \cdot e^{-\epsilon \cdot c \cdot l}$$

Où « e » représente l'épaisseur de l'échantillon traversé, le coefficient d'absorption et « c » la concentration de l'échantillon. Il est relativement aisé, à partir de cette équation, d'étendre le principe de l'absorption infrarouge à l'ensemble de la matière. De façon générale, les spectres d'absorption ou de transmission infrarouge s'expriment en fonction de la fréquence ν .

Deux conditions doivent alors être remplies pour observer une absorption infrarouge. D'une part, la condition de résonance doit être satisfaite,

$$\Delta E = h\nu$$

d'autre part la variation du moment dipolaire par rapport aux coordonnées normales de vibration doit être non nulle [35].

La Figure III.11 représente le Spectrophotomètre d'infrarouge utilisé pour nos analyses .

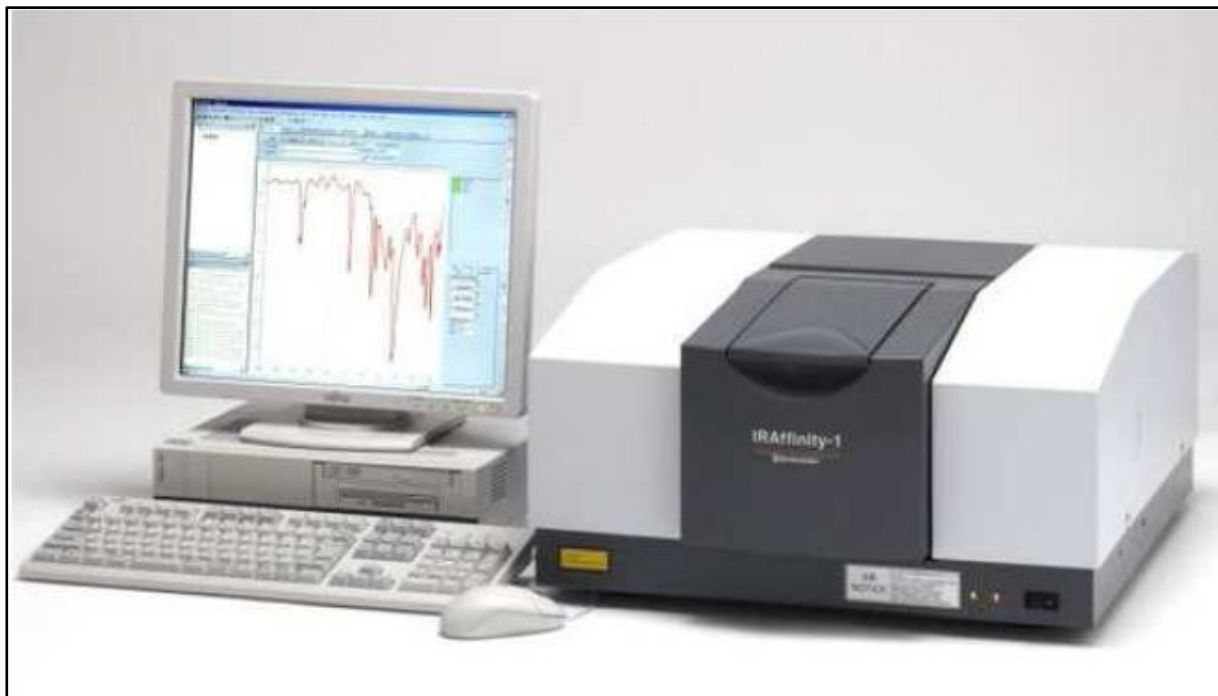


Figure III.11 : Spectrophotomètre d'infrarouge

III.4.Mesure de pH et de la conductivité

✚ Définition du pH

Le potentiel hydrogène, plus connu sous le nom de pH Mesure de l'acidité ou de l'alcalinité d'une solution en fonction de sa concentration en ions hydrogènes et suivant une échelle logarithmique de un à quatorze.

✚ Définition de la conductivité

La conductivité mesure la capacité d'une solution à conduire le courant entre deux électrodes. La plupart des matières dissoutes dans l'eau se trouvent sous forme d'ions chargés

électriquement. La mesure de la conductivité permet donc d'apprécier la qualité des sels dissous dans une solution.

✚ Mode opératoire :

Pour effectuer les mesures de pH et la conductivité, on introduit 2g de notre échantillon, on ajoute 20ml d'eau distillée, on agite la suspension pendant 2h, on arrête l'agitation et on filtre la solution, et on mesure le pH et la conductivité du filtrat [1].



Figure III.12 : (a) pH mètre, (b) conductimètre

Conclusion

Le procédé d'enrichissement exige tout un traitement préalable (préparation mécanique) et une manipulation délicate lors de celui-ci afin d'avoir des résultats satisfaisants.

L'analyse du rejet nécessite l'association de plusieurs techniques. Les techniques de caractérisation thermique sont adaptées pour l'étude des transformations qui se produisent avec une consommation ou une libération d'énergie associée à une perte de masse. La diffraction des rayons X apporte des informations complémentaires pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés, la spectroscopie infrarouge apporte des informations sur les groupements fonctionnels présents, la composition chimique des différents constituants en pourcentages bien précis est donnée par fluorescence X.



Chapitre IV

Résultats et discussion

Chapitre IV. Résultats et discussion

Dans ce chapitre on présentera les résultats des différentes techniques d'analyses et traitement de minerai, ainsi que l'interprétation de ces résultats.

IV.1. Résultats du traitement

IV.1.1. Traitement mécanique du minerai

a. Analyse granulométrique par tamisage

Les résultats de l'analyse granulométrique du minerai sont montrés dans le tableau IV.1 ci-dessous :

Tableau IV.1 : Résultats d'analyse granulométrique du minerai

Ouvertures des tamis (μm)	Masse de refus (g)	% refus	% refus cumulé	% tamisât cumulé
2000	4,02	4,42	4,42	95,58
1000	46,11	50,78	55,2	44,8
800	3,05	3,36	58,56	41,44
630	4,13	4,54	63,1	36,9
315	8,08	8,89	71,99	28
100	11,20	12,33	84,32	15,67
80	2,03	2,23	86,55	13,43
63	12,17	13,40	100	0
Total	90,79	/	/	/

❖ Courbe granulométrique

L'analyse granulométrique par tamisage du minerai permet de tracer la courbe granulométrique illustrée par la figure IV.1 ci-dessous :

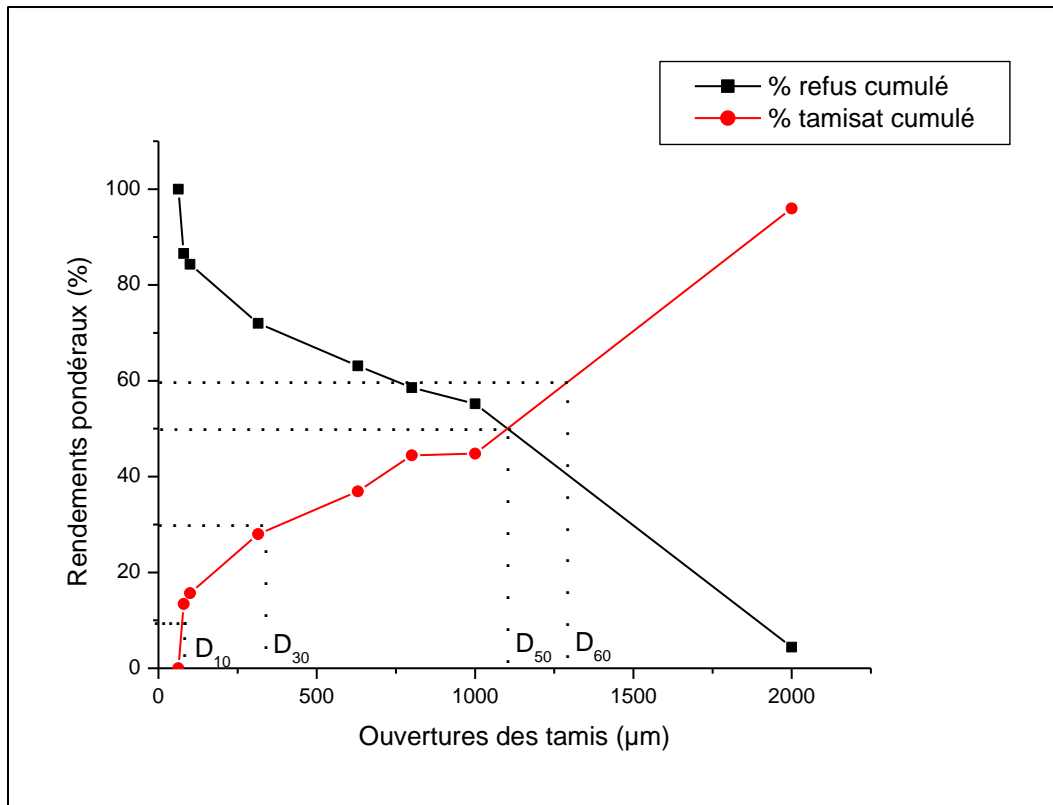


Figure IV.1 : Courbe granulométrique du minerai

❖ **Interprétation de la courbe granulométrique**

Les résultats obtenus ont mis en évidence que les rendements cumulatifs des tamisats sont croissants en fonction des diamètres moyens des tamis. Par contre les rendements cumulatifs des refus sont décroissants en fonction des diamètres moyens des tamis. De plus, ces deux courbes (refus - tamisat) sont symétriques et elles se coupent en un point c'est le D₅₀.

D'après la courbe tamisat - refus on obtient :

❖ **Diamètres caractéristiques de la granulométrie**

Tableau IV.2: diamètres caractéristiques de la granulométrie

Diamètre (µm)	D ₁₀	D ₃₀	D ₅₀	D ₆₀
Valeur	80,30	396,65	1097,5	1285,36

❖ **Coefficients caractéristiques de la granulométrie**

Tableau IV.3: Coefficients caractéristiques de la granulométrie

coefficient	Coefficient de HAZEN (coefficient d'uniformité)	Coefficient de courbure
Valeur calculée	16	1,52

D'après le calcul des coefficients caractéristique on constate que :

$C_U > 2$ \longrightarrow La granulométrie est étalée

$1 < C_C < 3$ \longrightarrow La granulométrie est bien graduée (continuité bien répartie)

b. Optimisation du temps de broyage

La variation du temps de broyage en fonction du pourcentage du passant à travers le tamis 100 μm sont présentés dans le tableau IV.4 ci- dessous :

Tableau IV.4 : Résultats d'optimisation du temps de broyage

Temps de broyage (min)	15	25	35	45
% passant	45,23	66,45	82,43	81,31

Les résultats du tableau ci-dessus sont traduits sous forme d'une courbe illustrée dans la figure IV.2.

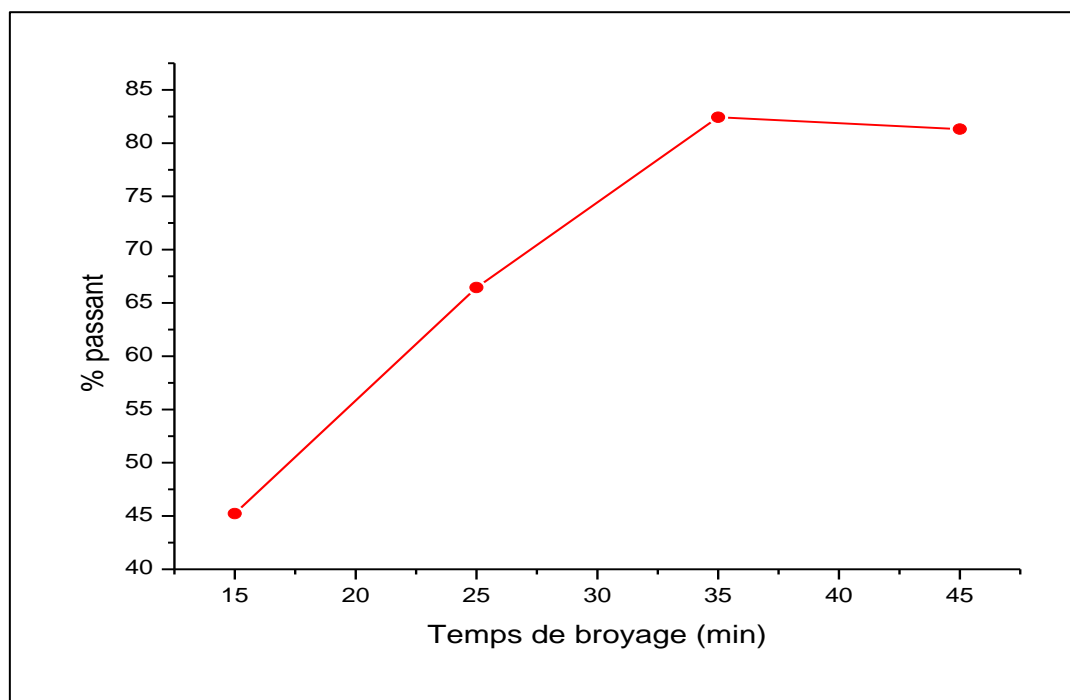


Figure IV.2. Courbe représentative de l'optimisation du temps de broyage

D'après la courbe on observe une augmentation du pourcentage du passant avec l'augmentation du temps de broyage, il atteint 82,83% à $T=35\text{min}$, puis il rechute pour $T=45\text{min}$, cela est dû à la formation des particules très fines (schlamm).

IV.1.2. Résultats d'enrichissement par flottation sélective

L'analyse par spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA) des concentrés ainsi que de rejet sont consignés dans le tableau IV.5.

Tableau IV.5 : Résultats d'analyse par SAA des produits de flottation sélective

	Quantité en (g)	Teneur en plomb (%)	Quantité plomb (g)	Teneur en Zinc (%)	Quantité Zinc (g)
Minerai à l'origine	100	1,44	1,44	6,59	6,59
Concentré de Plomb	19,26	5,89	1,13	2,68	0,51
Concentré de Zinc	27,7	0,65	0,18	18,19	5,03
Rejet	53,04	0,23	0,12	1,92	1,02

❖ Le degré de récupération

Le degré de récupération des composés utiles dans les produits d'enrichissements est le rapport du poids d'un composant utile passé dans tel ou tel initial, exprimé en %, les expressions des récupérations sont données comme suit :

$$R_{Pb} = Q_{cPb} / Q_{mPb}$$

$$R_{Zn} = Q_{cZn} / Q_{mZn}$$

$$✓ R_{Pb} = (1,13 \times 100) / 1,44 = 78,47\%$$

$$✓ R_{Zn} = 5,03 \times 100 / 6,59 = 76,32\%$$

❖ Bilan de l'opération de flottation sélective

a. Plomb :

$$Q_i \cdot \alpha_{Pb} = C_{Pb} \cdot \beta_{Pb} + V_{Pb} \cdot T_R + C_{Zn} \cdot \beta_{Pb}$$

$$100g \cdot 1,44 = 19,26 \cdot 5,89 + 0,23 \cdot 53,04 + 27,7 \cdot 0,65$$

$$144 = 113,44 + 12,19 + 18,00 = 143,65$$

b. Zinc

$$Q_i \cdot \alpha_{Zn} = C_{Zn} \cdot \beta_{Zn} + C_{Pb} \cdot \beta_{Zn} + V_{Zn} \cdot T_{rejet}$$

$$100 \cdot 6,59 = 27,7 \cdot 18,19 + 53,04 \cdot 1,92 + 19,26 \cdot 2,68 + = = 657,31$$

La teneur de 5,89 % obtenue en plomb n'est pas aussi négligeable par rapport à la teneur de départ dans le minerai. Ce résultat prouve aussi la possibilité de flottation sélective des deux minéraux.

La teneur de 18,19 % obtenue en zinc est appréciable et peut atteindre 40% après plusieurs essais de lavage. Ce résultat prouve aussi la possibilité de flottation sélective des deux minéraux.

IV.2.Résultats des analyses

IV.2.1.Analyse minéralogique par diffraction des rayons X

a. Minerai brut

Le diffractogramme illustré par la figure IV.3 représente les résultats d'analyse du minerai par DRX :

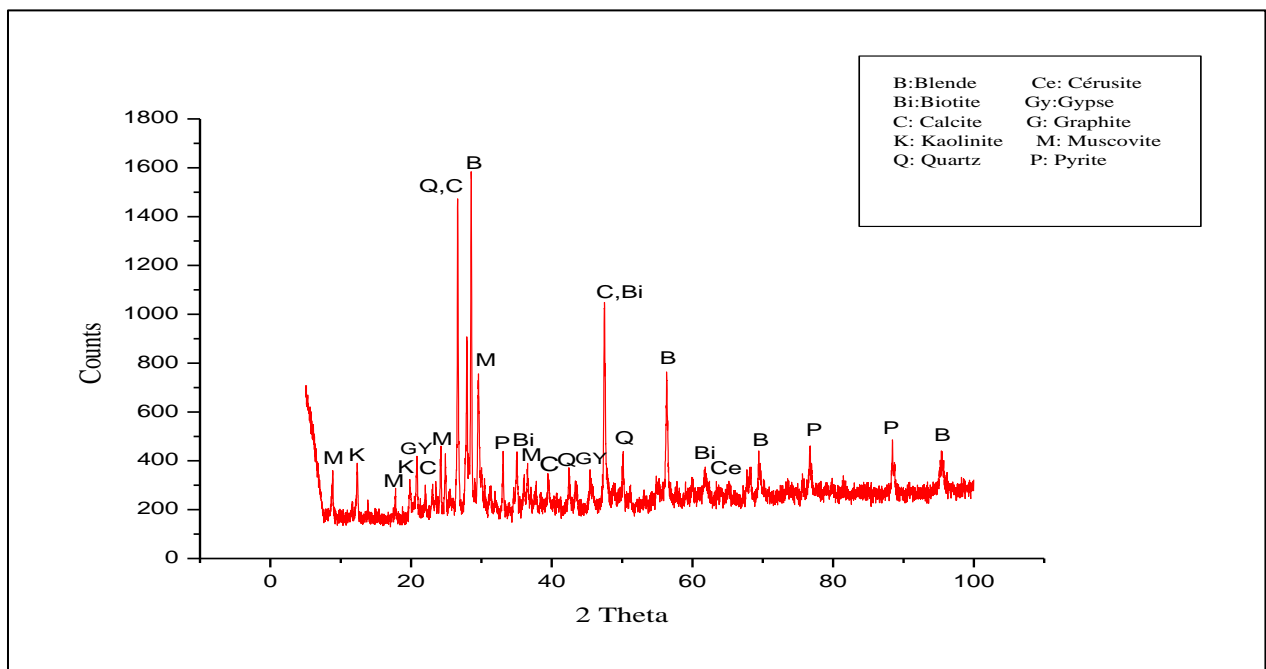


Figure IV.3 : Diagramme de diffraction des rayons X du minerai brut.

Le diffractogramme X représenté sur la figure (IV.3) correspond au minerai brut. Ce diffractogramme confirme l'existence de la sphalérite et la pyrite comme phases minéralogiques principales, à des pics de diffractions respectifs : $29,90^\circ$; $34,48^\circ$; $49,67^\circ$; $59,00^\circ$; $95,5^\circ$ pour la sphalérite et à des pics de diffractions respectifs : $29,74^\circ$; $34,38^\circ$; $59,00^\circ$; $80,67^\circ$; $24,03^\circ$ pour la pyrite. On observe ainsi l'existence d'une phase importante qui est la muscovite à des angles de diffractions : $18,55^\circ$; $20,68^\circ$; $26,61^\circ$; $29,19^\circ$; $30,87^\circ$ et le quartz correspondant à : $21,74^\circ$; $27,32^\circ$; $41,36^\circ$; $44,40^\circ$.

Par ailleurs d'autres phases telles que la kaolinite, la calcite, le graphite, le gypse et la cérusite se laissent apparaitre dans ce même diffractogramme.

b. Concentré de Pb

La figure IV.4 représente les résultats d'analyse du concentré de plomb par DRX :

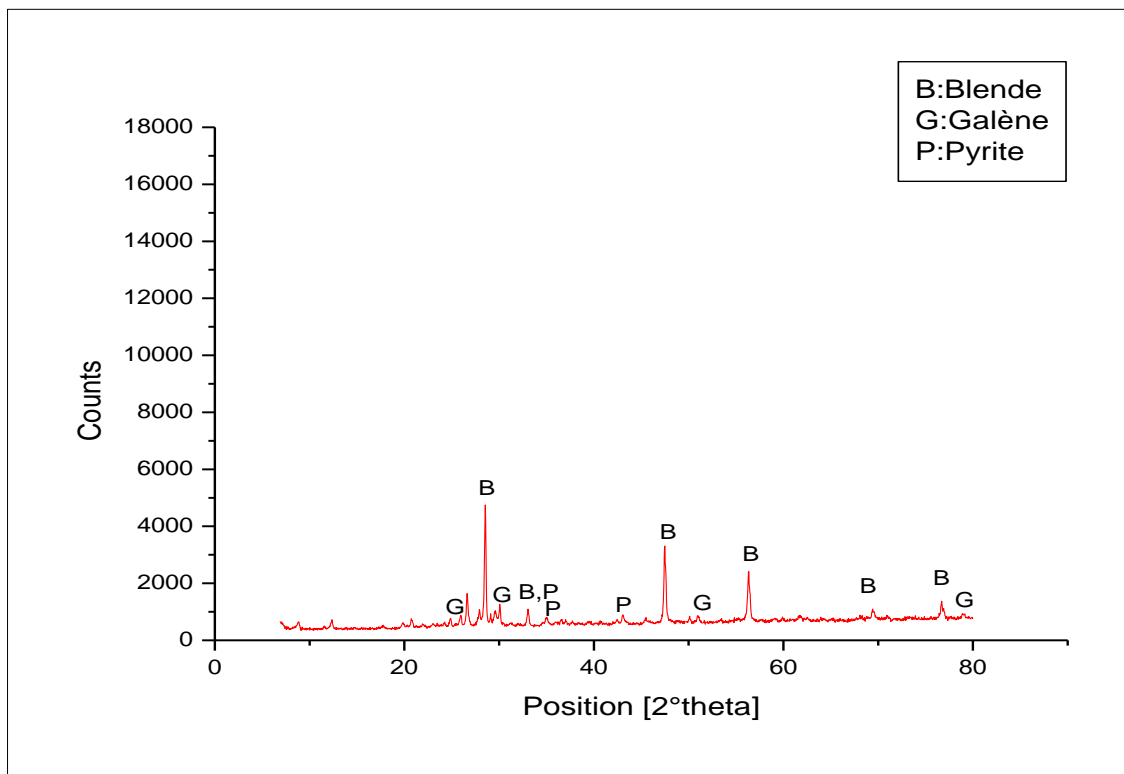


Figure IV.4 : Diagramme de diffraction des rayons X du concentré de Plomb

D'après la figure IV.4, on observe l'existence des pics de galène correspondant à des angles de diffractions : $25,97^\circ$; $38,08^\circ$; $43,04^\circ$; $44,40^\circ$. Mais les pics les plus importants sont attribués à la blende à des angles de diffractions $28,53^\circ$; $33,04^\circ$; $47,45^\circ$; $56,31^\circ$; $69,44^\circ$; $76,77^\circ$. La présence de la pyrite est aussi remarquée par certains pics faibles.

c. Concentré de Zn

Le diffractogramme représenté par la figure IV.5 donne les résultats d'analyse du concentré de zinc par DRX :

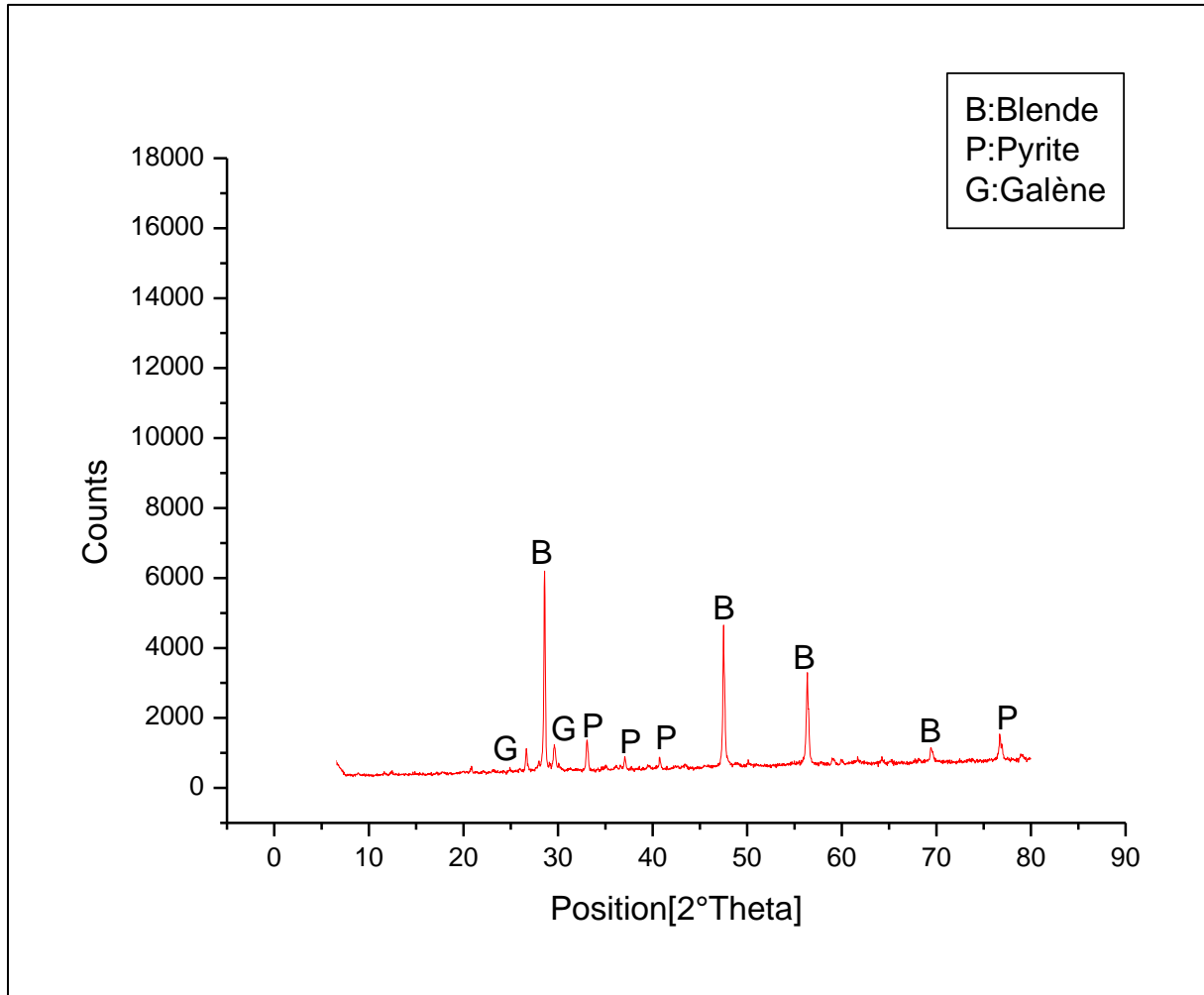


Figure IV.5 : Diagramme de diffraction des rayons X du concentré de Zinc

D'après la figure IV.5 On observe l'existence des pics de blende comme phase principale à des angles de diffractions : $28,53^\circ$; $33,04^\circ$; $47,45^\circ$; $56,31^\circ$; $69,44^\circ$; $76,77^\circ$; $25,97^\circ$; $38,08^\circ$; $43,04^\circ$; $44,40^\circ$. Les pics de galène sont aussi présents dont certains ont disparu par apport au concentré de plomb, des pics de pyrites sont aussi présents sur ce diagramme.

d. Rejet

Après l'opération de la flottation l'analyse du rejet par DRX nous a permis d'obtenir le diffractogramme illustré par la figure IV.6 ci-dessous :

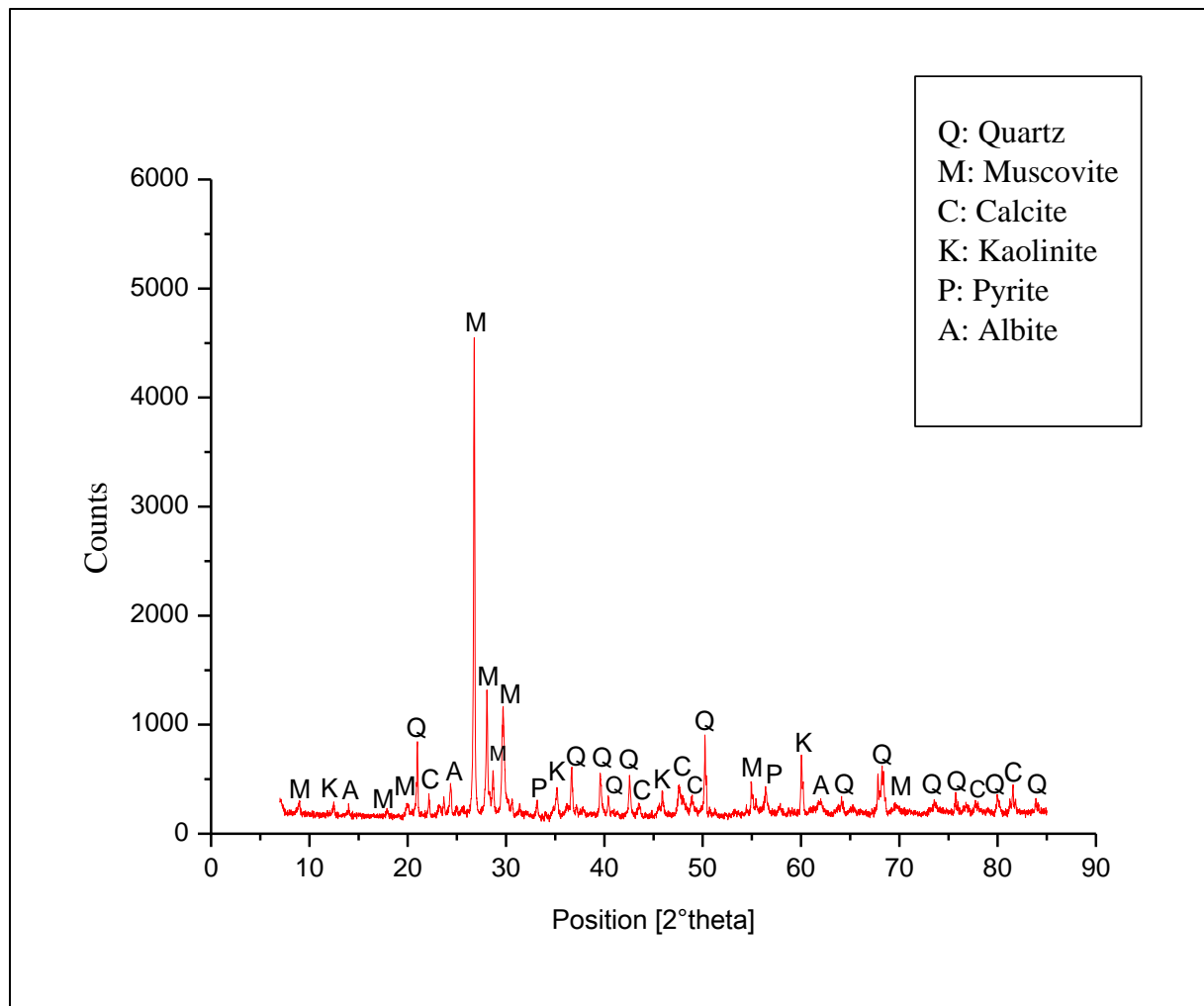


Figure IV.6 : Diagramme de diffraction des rayons X du rejet

Les diffractogrammes des rayons X représentés sur la figure (IV.6) correspondent au rejet de la flottation du minerai Pb/Zn d'Amizour. Ce diffractogramme met en évidence l'existence d'une principale phase minéralogique, qui est la muscovite comme étant la principale phase minéralogique à des pics de diffractions respectifs $18,55^\circ$; $20,68^\circ$; $26,61^\circ$; $29,19^\circ$; $30,87^\circ$; La seconde phase la plus importante est le quartz à des angles de diffractions : $20,92^\circ$; $26,52^\circ$; $36,47^\circ$; $50,32^\circ$; $60,07^\circ$; $68,32^\circ$ et la kaolinite correspond à $20 : 20,92^\circ$. Par ailleurs d'autres phases telles que l'albite, la calcite, la pyrite se laissent apparaître dans ce même diffractogramme.

IV.2.2. Analyse chimique du rejet de flottation par fluorescence X

Cette analyse a été effectuée au laboratoire de Centre du développement et de recherche (CRD) - Boumerdès. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau IV.6 :

Tableau IV.6 : Résultats d'analyse chimique par FX du rejet

Oxyde	% en masse
Na ₂ O	2,96
MgO	0,44
Al ₂ O ₃	13,38
SiO ₂	53,56
P ₂ O ₅	0,26
SO ₃	3,55
K ₂ O	1,91
CaO	7,84
TiO ₂	0,78
Mn ₂ O ₃	1,06
Fe ₂ O ₃	3,29
V ₂ O ₅	0,0201
Cr ₂ O ₃	0,0277
NiO	0,0033
CuO	0,0086
ZnO	2,3889
Rb ₂ O	0,0225
SrO	0,0167
ZrO ₂	0,0187
MoO ₃	< 0,001
BaO	0,0199
PbO	0,2545
PAF	7,52

D'après l'analyse du rejet par spectroscopie de fluorescence X on voit clairement que la majeure partie du rejet est constituée de la silice avec 53,56%, suivi de l'alumine avec 13,38% et en troisième place les carbonates de calcium avec 7,84%.

On remarque également la présence d'oxyde de zinc et de plomb avec des pourcentages non négligeable.

IV.2.3. Analyse du rejet par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF)

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier du rejet est représentée sur la figure IV.7.

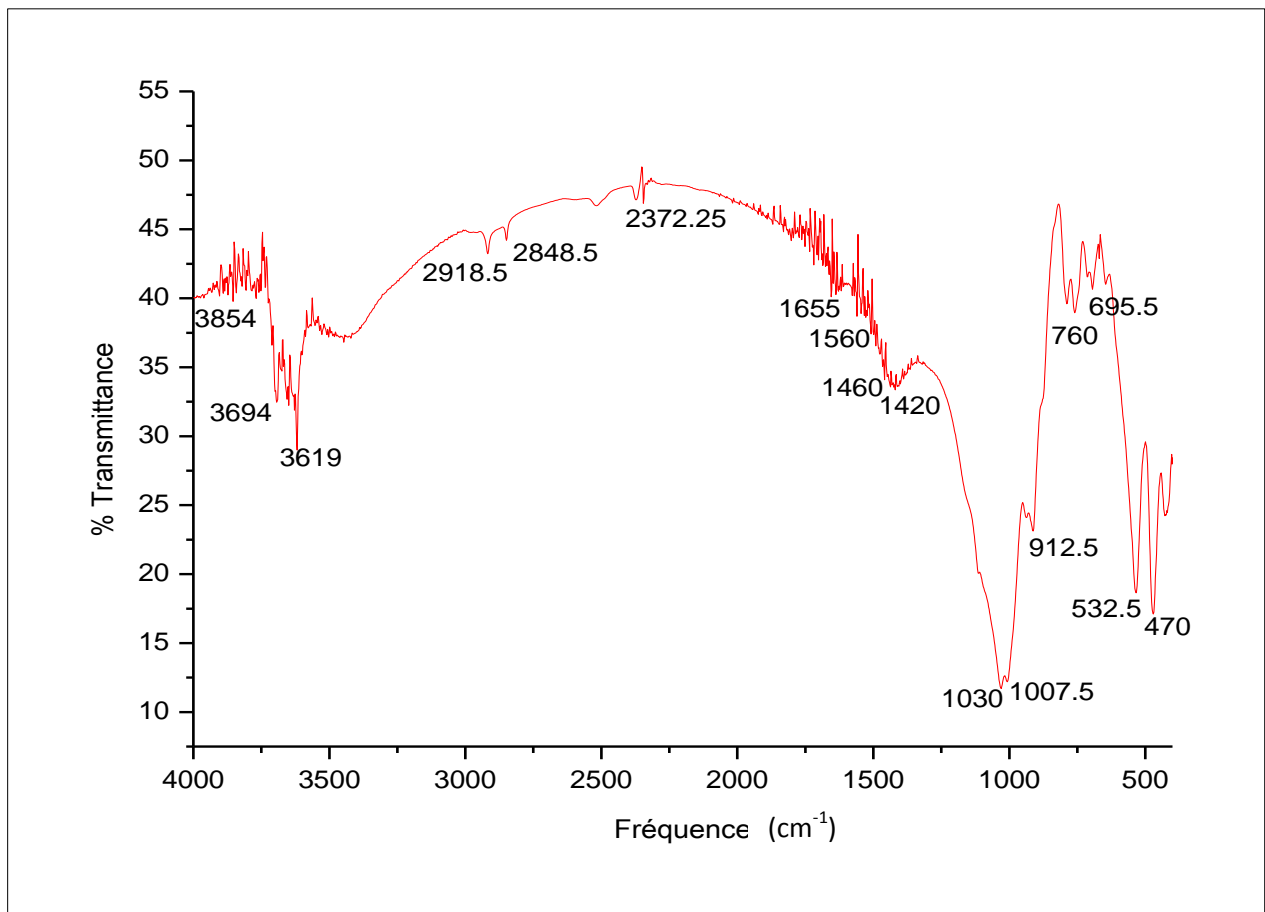


Figure IV.7 : Spectre infrarouge des tranches granulométriques

D'après la figure IV.7 nous remarquons l'existence des pics de quartz à 470 cm^{-1} associé aux pics des carbonates vers 760, 1420, 1460 cm^{-1} . Un pic intense à 1030 cm^{-1} attribué au quartz, deux bandes à 3694 cm^{-1} , 3619 cm^{-1} , attribuées à la vibration d'élongation du groupement OH de la muscovite et/ou la kaolinite. Une bande vers 1655 cm^{-1} , attribuée à la vibration d'élongation du groupement H-OH des molécules d'eau absorbées par la poudre

minérale (eau d'humidité) et une large bande de faible intensité vers 2372,25,2848,5,2918,55 cm^{-1} correspondantes aux liaisons C-O.

IV.2.4. Analyse Thermogravimétrique ATG

Le rejet était soumis à une analyse thermogravimétrique (ATG) et thermique différentielle (ATD). La représentation graphique de ce spectre est donnée par la figure IV.8.

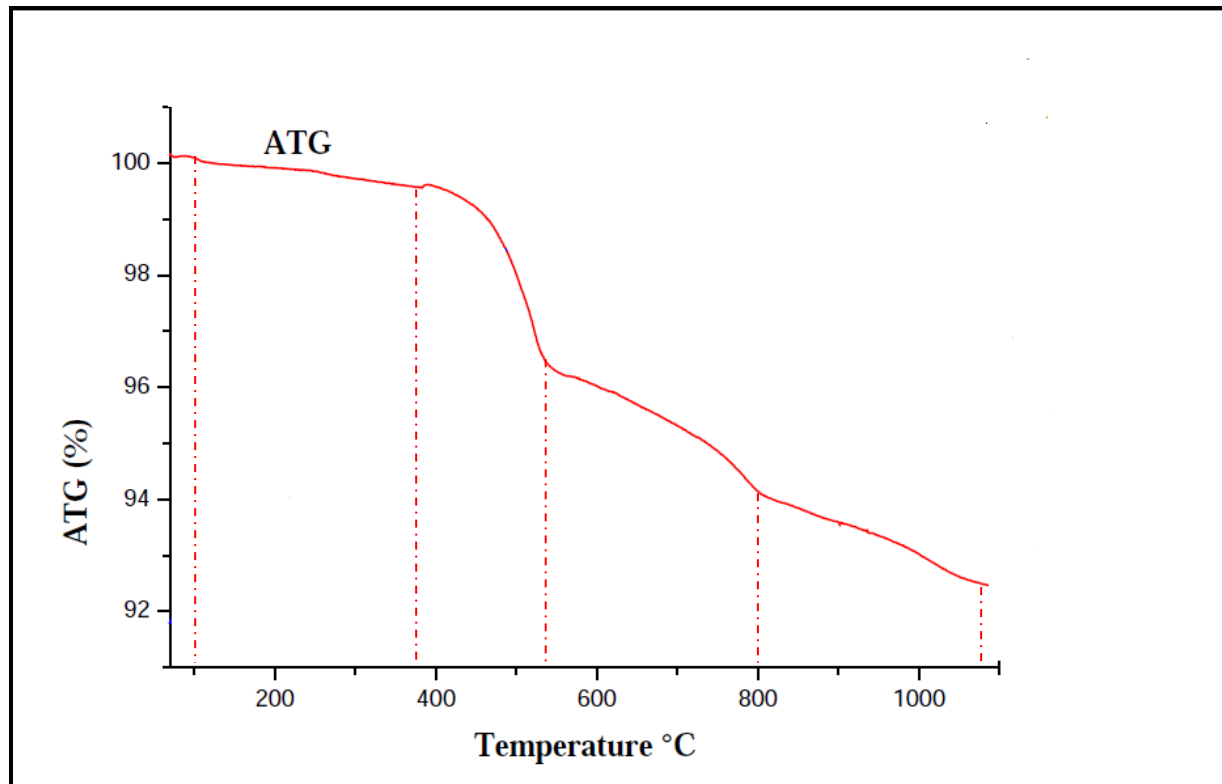


Figure IV.8. Thermogrammes ATG/ATD du rejet

L'analyse thermique gravimétrique (ATG) fait apparaître quatre domaines de température :

- Entre 110-380°C, nous constatons une diminution faible de la masse, de moins de 1%, Cette diminution s'explique par le dégagement de l'eau physisorbée existant dans le matériau.
- Entre 380-540°C, une diminution rapide de la masse, une perte en masse de 3,2% attribuée au départ de CO_2 , et à la transformation de kaolinite en méthakaolinite, dans cette zone l'eau de constitution commence à se dissiper.
- Entre 540-800°C, des pertes en masse de 2% attribuées au dégagement de SO_2 .
- Entre 800-1000°C, des pertes en masse de 1,3%, les réactions de désulfuration deviennent plus lentes que dans le domaine précédent.

IV.3.Mesure de la conductivité et du pH du rejet

Les résultats de pH et de la conductivité sont donnés dans le tableau IV.7 ci-dessous :

Tableau IV.7 : Résultats de mesure de pH et de la conductivité

Echantillon	pH	Conductivité en $\mu\text{s}/\text{cm}$
Le rejet	7,48	1030

D'après les résultats obtenus, on constate que le pH correspondant au rejet est légèrement basique, ceci est dû au fait de la présence des teneurs en carbonates dans le rejet [1].

La conductivité électrique se traduit par la capacité d'une solution aqueuse à conduire le courant électrique. Elle est directement proportionnelle à la quantité de solide (les sels minéraux) dissous dans l'eau, elle détermine aussi l'ensemble des minéraux présents dans une solution ; cette mesure détermine également la quantité des ions contenue dans cette solution tels que: bicarbonates, chlorures, sulfates, calcium, magnésium, potassium, sodium. Ainsi, plus la concentration en solide dissout sera importante, plus la conductivité sera élevée.

On remarque que la valeur de la conductivité est relativement élevée, ceci se traduit donc par le fait que le rejet est très riche en ions métalliques.

Conclusion

Au terme de cette partie expérimentale, il ressort que :

- D'après l'analyse granulométrique par tamisage du minerai, la granulométrie de la poudre minérale est étalée et bien graduée (continuité bien répartie).
- L'optimisation du temps opté pour le broyeur à boulets a donné un $T_{op} = 35 \text{ min}$.
- Après flottation sélective, les teneurs en zinc et en plomb, données par SAA, sont respectivement 18,19 % et 5,89 %. Ces teneurs sont appréciables par rapport à la teneur de départ dans le minerai.
- D'après l'analyse par DRX du minerai avant flottation, on a remarqué une présence importante des sulfures de zinc présentée par la sphalérite. Par contre le plomb se trouve essentiellement sous forme de carbonates de plomb.
- Le diagramme de diffraction des rayons X des concentrés de zinc et de plomb montre la présence de la blende comme phase principale. La présence de celle-ci dans le concentré de plomb est significative.
- L'analyse du rejet par DRX, a montré le caractère cristallin du rejet ainsi la prédominance de certaines phases telles que la muscovite et le quartz.
- Les bandes d'absorption observées dans le domaine infrarouge confirment bien aussi la présence des liaisons caractérisant le rejet, notamment celles correspondant aux vibrations des liaisons Si-O, Si-O-Al.
- D'après l'analyse Thermogravimétrique (ATG), on distingue la présence de quatre domaines de température.
- L'analyse par fluorescence X a mis en évidence que les constituants prédominants du rejet sont : la silice, l'alumine puis on trouve les carbonates de calcium. On remarque également que la teneur des oxydes de zinc et de plomb est non négligeable. De plus la teneur des autres oxydes est faible comme celle de l'oxyde de cuivre qui est en trace.
- Les pH du rejet est légèrement basique, la conductivité électrique est relativement élevée, ce qui signifie qu'il contient beaucoup plus d'ions.



***Conclusion
générale***

Conclusion générale

Le minerai, récupéré sous forme de carottes cylindriques du sondage 94, a subi un traitement mécanique (concassage, broyage et quartage). La poudre minérale obtenue est analysée par différentes méthodes physico-chimiques.

L'analyse granulométrique par tamisage donne une maille de libération $D_{50}=1,09$ mm, un coefficient d'uniformité $C_U=16$ et un Coefficient de courbure $C_C= 1,52$.

Les spectres de diffraction des rayons X du minerai brut ont mis en évidence les phases minérales contenues dans la poudre. Les pics de blende sont fréquents, ainsi ceux correspondant à la muscovite, le quartz et la kaolinite sont relativement importants.

L'analyse chimique par spectrophotométrie d'absorption atomique de la poudre de matière première donne une teneur en Zinc de 6,59% et 1,44% en plomb.

La réalisation d'un essai de flottation tenant compte des paramètres optimaux prouvés expérimentalement a permis d'obtenir un concentré de zinc à une teneur de 18,19% de zinc et un concentré de plomb d'une teneur de 5,89% en plomb.

Le diagramme de diffraction des rayons X des concentrés de zinc et de plomb montre la présence de la blende comme phase principale.

L'analyse par la diffraction des rayons X du rejet montre qu'il est constitué majoritairement de quartz avec des phases minéralogiques de muscovite, de kaolinite et de calcite.

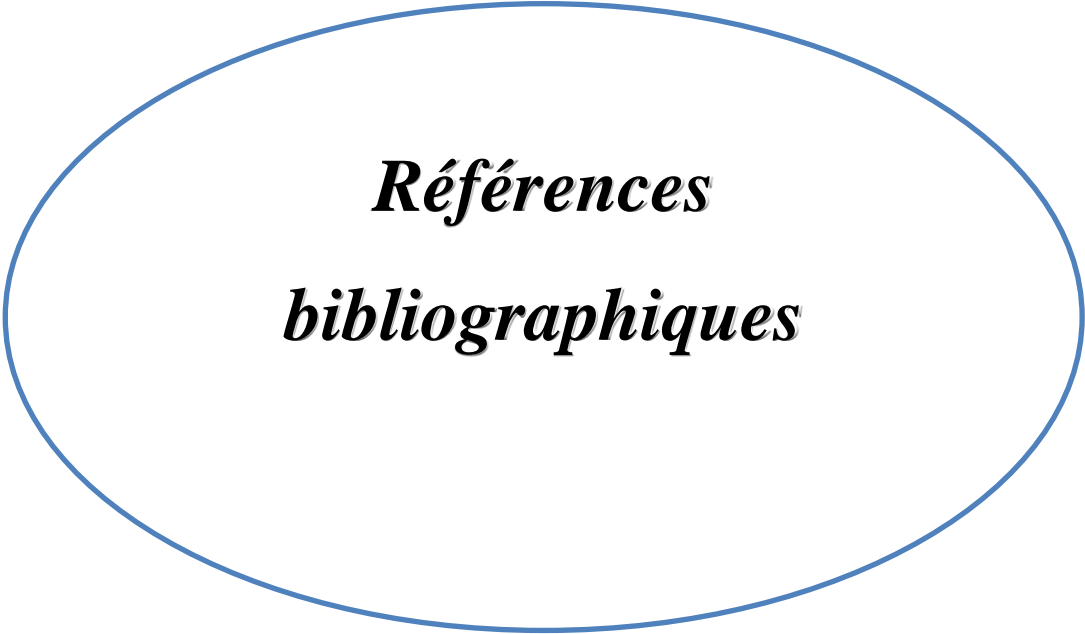
La composition chimique du rejet de la flottation donnée par fluorescence X montre que les taux de silice d'alumine sont les plus importants. D'autres oxydes tels que le Fe_2O_3 , CaO, ZnO et PbO sont aussi présents à des taux relativement faibles.

L'analyse par Spectroscopie FTIR montre la présence des groupements Si-O-Si, les groupements OH de la muscovite et/ou kaolinite et des groupements de $CaCO_3$.

L'Analyse thermogravimétrique du rejet montre les principales transformations endothermiques et exothermiques relatives à la transformation du kaolin en métakaolin, la transformation des carbonates associés à la transformation du métakaolin en promullite respectivement.

Conclusion générale

Les pH du rejet est légèrement basique, la conductivité électrique est relativement élevée, ce qui signifie qu'il contient beaucoup plus d'ions.



*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

- [1] : SAIDI Leila, 2012 : Caractérisation et valorisation des rejets issus du traitement du minerai Pb/Zn (mine d'Amizour), mémoire de Magister, Université Abderrahmane Mira de Béjaia.
- [2] : L. Mahtout, D. Merabet, 2004 : Caractérisation du minerai plombozincifère d'Amizour en vue d'un enrichissement par flottation, les techniques de l'industrie minière n° 22.
- [3] :V. SAVEROV, 1993 : Rapport sur les résultats des travaux de recherche, Evaluation du gisement d'Oued d'Amizour, ORGM, Algérie.
- [4] : Direction général des mines, Alger, Année 2009-2010 : « Bilan des activités minières » .
- [5] : Mahtout Laila, 2009 : Influence de la consommation des réactifs de la flottation sur la sélectivité des métaux Pb/Zn (Mine AMIZOUR), Thèse doctorat, Université de Sétif.
- [6] : KARIM .MOUSSACEB, cours de traitement et valorisation des rejets miniers, université A/MIRA Béjaia.
- [7] : I.K.TAFECH, juillet 1988 : « caractérisation pétrographique, minéralogiques, géochimiques et géotechniques du minerai sulfure cupro-aurifère d'Akjoujt (Mauritanie) » : implications minières et minéralurgiques, thèse doctorat » université CHEIKH ANTA DIOP de Dakar.
- [8] : MERCHICHI Amira, 2013 : Etude géochimique et traitement des rejets de la digue provenant de la mine de Kherzet Youcef et Chaabet El hamra, Mémoire de Magister, Ecole Nationale Polytechnique, El-Harrach, Alger.
- [9] : Ralston, J, Dukhin, S. S. et Mishchuk, N. A, Livre 1999 : Inertial hydrodynamic particle bubble interaction in flotation. Ed. Int. J. Miner. Process, 56(a), 207–256, London.
- [10] :P.Blazy, E.Jdid, 2000 : Flottation –Aspects pratiques, Techniques d'ingénieur, J3360.
- [11] : El-Aid JDID, Pierre BLAZY, 2012 : Flottation - Mécanismes et réactifs, Techniques d'ingénieur, j3350.
- [12] : Bouchard, S : 2001. « Traitement du minerai : Flottation – Méthode physique », Ed. Le Griffon d'argile, Livre, pp 206 – 230.

- [13] :A.M Gaudin, Charles, 1953 : Mining Engineering, Pergamon Press, London, livre, vol 196, PP142-145.
- [14] :Y.Boulkrouche, 1994 : Enrichissement d'un minerai polymétallique cas gisement Chaabet-El Hamra, projet fin d'étude, Ecole Nationale Poly Technique, El-Harrach, Alger.
- [15] : S.Amarouche, 1994 : Flottation des minerais sulfurés cas d'échantillon de Oued Amizour, projet fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique, El-Harrach, Alger.
- [16] : Finch, J, A. et Dobby, G.S, 1990 : Column Flotation. Ed. Pergamon Press, Livre.
- [17] : Groupement des métiers de l'imprimerie, décembre 2006 : «le traitement des déchets dans l'imprimerie et l'industrie graphique.
- [18] : D.Artigan, F.Cottard, avril 2003 : Eléments à prendre en compte pour l'évaluation des impacts environnementaux dans l'élaboration d'un plan de prévention des risques miniers (PPRM) BRGM/RP-52049-FR.
- [19]: Mostafa Benzaazoua, 1994 :« Chaire de recherche du Canada sur la gestion intégrée des rejets miniers par remblayage », Thèse doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.
- [20] :S.GANNOUNI, A.BEN MAMMOU, A.BELGHITH, A.Saadi, février 2009 : « La spectroradiométrie, outil d'étude des impacts des rejets miniers sur l'environnement. Application aux rejets de la mine de Jalta (Tunisie), Mémoire de Magister.
- [21] : Commission européenne, Janvier 2009 : « Document de référence sur les meilleures techniques disponibles Gestion des résidus et stériles des activités minières ».
- [22] : R.Galvez-Cloutier et M.R.Hébert, 2009 :«Caractérisation avancé des métaux lourds dans les eaux et les sédiments du lac Aylme », Thèse doctorat Université Laval Québec.
- [23] : A. SEBEI, F. CHAABANI, M. K. OUERFELLI, 2005 : « Impacts des rejets miniers sur le sol et les plantes de la région de Boujaber (NO.Tunisie) Fractionnement chimique des métaux lourds dans les sols », Géo-Eco-Trop.
- [24] : R.MERMILLOD-BLONDIN, novembre 2005 :« Influence des propriétés superficielles de la pyrite sur la rétention de molécules organiques soufrées : Application à la désulfuration des résidus miniers». Thèse doctorat, Université de Montréal.

- [25] : W.KITOBO SAMSON, Juillet 2009 : «Dépollution et valorisation des rejets miniers sulfurés du KATANGA. Cas des taillings de l'ancien Concentrateur de Kipushi ». Thèse doctorat. Université de Liège.
- [26] : J.Y. Savard, mars 1981 : «Etude de mise en valeur des rejets de carbonate-apatite de la mine Niobac dans le but d'une utilisation comme engrais en agriculture. Mémoire de diplôme de M.S.A ». Université du Québec à Chicoutimi.
- [27] : Pierre BLAZY, El-Aid JDID, Jacques YVON, 2006 : Fragmentation – Technologie, techniques d'ingénieur, j3051.
- [28] : S.Gutierrez, 2000 : « granulométrie laser mastersizer 2000 malvern », professionnel en caractérisation des matériaux LCG/CCM/IMSI/U, Ed. Le Griffon d'argile, livre.
- [29] : C. HUBER. octobre 2003 : « Synthèse et caractérisation de nouveaux matériaux ferroélectriques accordables pour application hyperfréquences», thèse doctorat. Université de Bordeaux I.
- [30] : A. ASSIFAoui, mars 2002 : « Etude de la stabilité de barbotines à base d'argiles locales. Application aux formulations céramiques industrielles », thèse de doctorat. Université HASSAN II Ain-Chock Casablanca.
- [31] : A.GARCIA MURILLO, mai 2002 : « Elaboration, propriétés structurales, optiques et spectroscopiques de films sol-gel scintillants de Gd₂O₃ et Lu₂O₃ dopés Eu. Thèse doctorat », Université Claud Bernard Lyon I.
- [32] : N.BOUZIDI, N.KARTOUT, Septembre 1996 : «Etude physique et analyse physico-chimique du minerai Plombo-Zincifère d'Amizour, Projet Fin d'Etude, université A/MIRA Béjaia.
- [33] K.Anoop Krishnan, T.S.Anirudhan, 2003 : «Removal of Cadmium(II) from aqueous solutions steam- activated sulphurised carbon prepared from sugar-cane bagasse pith : kinetics and equilibrium studies», université de Kerala, Water SA, 29(2).
- [34] : C. MUN, 2007 : «Etude du comportement du produit de fission ruthénium dans l'enceinte de confinement d'un réacteur nucléaire, en cas d'accident grave», thèse doctorat, Université de PARIS- XI.

[35] : D-L. Ben Jemaa, décembre 2010 : « Nouveau matériaux pour l'optique non linéaire: Synthèse et études structurales et vibrationnelles de quelques phases cristallisées et vitreuses appartenant aux systèmes $\text{TeO}_2\text{-Ti}_2\text{O-Ag}_2\text{O}$ et $\text{TeO}_2\text{-Ti}_2\text{O-CeO}_2$ ». Thèse doctorat, université de Sfax et de limoges.



Annexes

Annexe I

Traitement du minerai brut

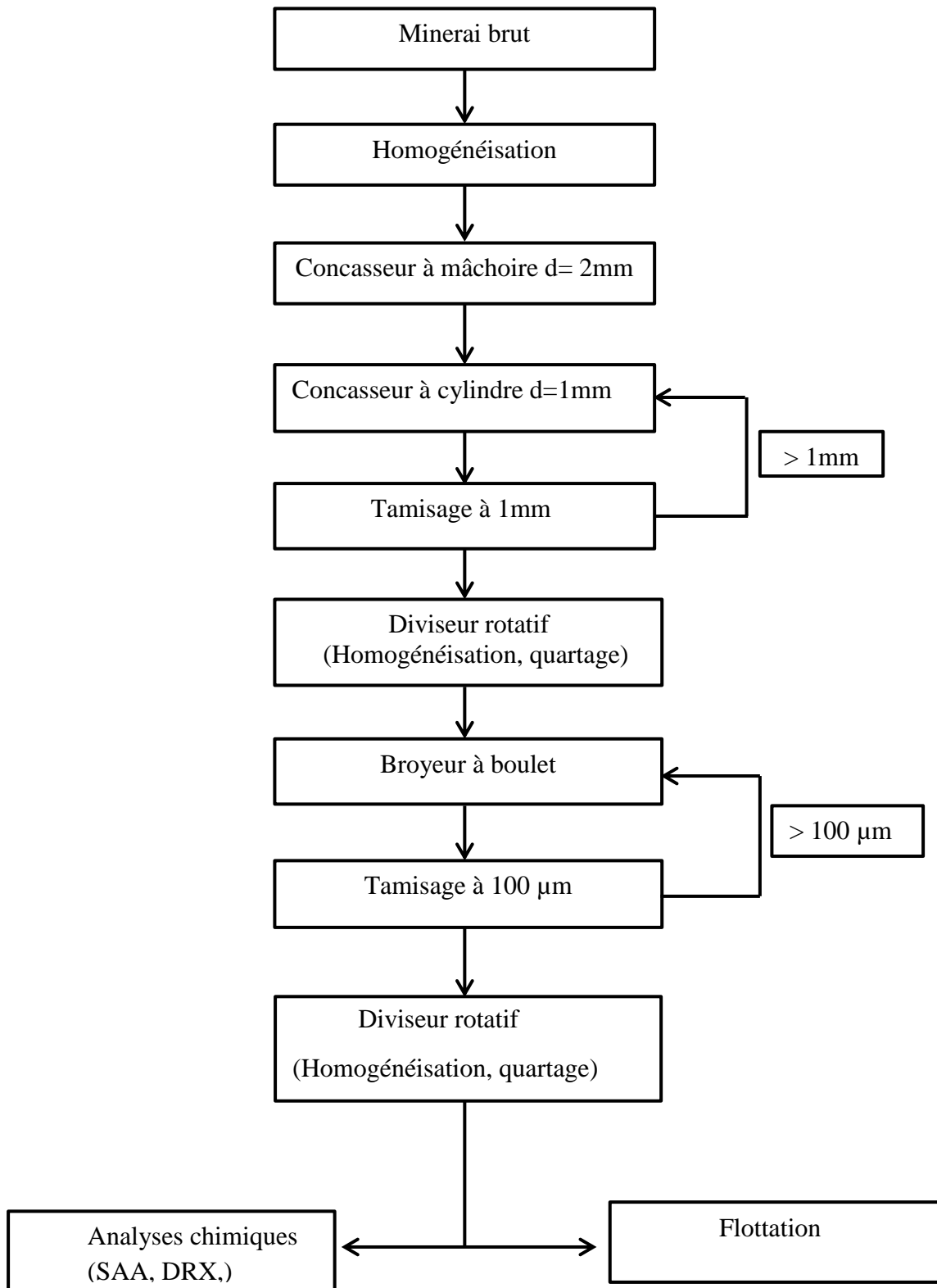


Schéma 1. Plan du traitement du minerai brut

Annexe II

Etapes de spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA)

a. Prise d'essai de l'échantillon à analyser :

Soit que nous avons à analyser un produit lors d'une quantité quelconque, On applique à ce produit une réduction consistant en des quartages et homogénéisations successives jusqu'à obtenir moins de 100g, ensuite on pèse avec précision une quantité à analyser, soit 0,5g.

b. Mise en solution du minerai Pb/Zn :

L'échantillon du minerai Pb/Zn étant préparé réduit et finement broyé à une granulométrie $< 80 \mu\text{m}$, doit être mis en solution pour être analysé.

La dissolution complète du minerai ne se réalise pas facilement tenant compte des facteurs qui l'influencent tel que (degré de broyage, volume des réactifs, etc.).

✚ Attaque acide :

Selon les tests de solubilité le solvant adéquat pour la dissolution de notre minerai est l'eau régale avec chauffage. [6]

✚ L'eau régale : acide chlorhydrique concentré + acide nitrique concentré dans le rapport en volume 3/1 respectivement.

✚ Procédure :

Dans le bêcher contenant la prise d'essai sont ajoutés 15 ml d'HCl suivi de 5 ml d'HNO₃. On chauffe sur résistance électrique en réglant la température à 120°C, jusqu'à évaporation presque à sec.

- On reprend l'attaque avec les mêmes quantités d'acides et dans la même proportion, toujours jusqu'à évaporation presque complète.
- On laisse refroidir, on ajoute 30 ml d'acide chlorhydrique concentré et on rajoute de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge dans une fiole jaugée de 100 ml.

La solution renfermée dans cette fiole représente l'échantillon dissout prêt pour l'analyse en SAA.

c. Dosage de Pb :**➤ Préparation des étalons :**

A partir d'une solution étalon de Pb (solution mère) 1000mg/l et des concentrations allant de 5 à 20mg/l:

En appliquant la loi de dilution [32]

$$C_i \cdot V_i = C_f \cdot V_f ;$$

Avec $C_i = 1000 \text{ mg/l}$;

$C_f = 5 ; 10 ; 15 ; 20 \text{ mg/l}$.

$V_f = 100 \text{ ml}$;

$V_i = \text{Volume à chercher}$;

On aura alors :

$$1000 \cdot V_i = 5 \cdot 100$$

$$1000 \cdot V_i = 10 \cdot 100$$

$$1000 \cdot V_i = 15 \cdot 100$$

$$1000 \cdot V_i = 20 \cdot 100$$

Les volumes à prélever sont mentionnés dans le tableau I

Tableau I : Les volumes à prélever de la solution mère

V_i (μl)	0,5	1	1.5	2
Quantité H_2O (ml)	99,5	99	98,5	98
C (mg/l)	5	10	15	20

L'injection des quatre étalons et la lecture des absorbances correspondantes à leur concentration nous permet de tracer la courbe d'étalonnage $A = f(C)$.

➤ Préparation des échantillons pour l'analyse :

On prélève 1 ml la solution préparée dans un bêcher de 100 ml qu'on diluera dans 100 ml d'eau distillée. La solution ainsi préparée est enfin analysée par SAA qui nous donne la concentration de notre élément en mg/l et ce en se basant sur la courbe d'étalonnage.

Nous tenons à préciser que la dilution est faite de manière à s'assurer que la concentration de la solution à injecter cadre avec la courbe d'étalonnage.

➤ **Teneur en Pb**

La teneur en plomb est calculée comme suit :

$$C_i \cdot V_i = C_f \cdot V_f$$

C_i = concentration à chercher en mg/l ;

$$C_i = C_f \cdot V_f / V_i$$

On aura alors :

$$1000\text{ml} \longrightarrow C_i$$

$$100\text{ml} \longrightarrow x$$

$$1\text{g} \longrightarrow x$$

$$100\text{g} \longrightarrow y \text{ ou } y \text{ est la Teneur en plomb}$$

e. Dosage de Zn :

➤ **Préparation des étalons :**

A partir d'une solution étalon de Zn (solution mère) 1000mg/l et des concentrations allant de 0,2 à 0,8 mg/l:

En appliquant la loi de dilution[32]

$$C_i \cdot V_i = C_f \cdot V_f ;$$

Avec $C_i = 1000\text{mg/l}$;

$C_f = 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 \text{ mg/l}$.

$V_f = 100\text{ml}$;

$V_i = \text{Volume à chercher}$;

On aura alors :

$$1000 \cdot V_i = 0,2 \cdot 100$$

$$1000 \cdot V_i = 0,4 \cdot 100$$

$$1000 \cdot V_i = 0,6 \cdot 100$$

$$1000 \cdot V_i = 0,8 \cdot 100$$

Les volumes à prélever sont mentionnés dans le tableau II :

Tableau II : Les volumes à prélever de la solution mère

Vi (ml)	0,2	0,4	0,6	0,8
Quantité H ₂ O (ml)	99,98	99,96	99,94	99,92
C (mg/l)	0,2	0,4	0,6	0,8

L'injection des quatre étalons et la lecture des absorbances correspondantes à leur concentration nous permet de tracer la courbe d'étalonnage $A = f(C)$.

Préparation des échantillons pour l'analyse :

On prélève 1 ml de chacune des solutions préparées dans des béccher de 100 ml qu'on diluera dans 100 ml d'eau distillée. La solution ainsi préparée est enfin analysée par SAA qui nous donne les concentrations de notre élément en mg/l et ce en se basant sur la courbe d'étalonnage.

Nous tenons à préciser que la dilution est faite de manière à s'assurer que la concentration de la solution à injecter cadre avec la courbe d'étalonnage.

➤ Teneur en Zn

La teneur en zinc est calculée comme suit :

$$C'_i \cdot V'_i = C'_f \cdot V'_f$$

C'_i = concentration en zinc à chercher en mg/l ;

$$C'_i = C'_f \cdot V'_f / V'_i$$

On aura alors :

$$1000\text{ml} \longrightarrow C'_i$$

$$100\text{ml} \longrightarrow x'$$

$$1\text{g} \longrightarrow x'$$

$$100\text{g} \longrightarrow y' \quad \text{ou } y' \text{ est la Teneur en zinc}$$

Annexe III

Coefficients de variation en plomb et en zinc des différents sondages

Distribution des teneurs

Le tableau I regroupe les coefficients de variation en Pb des sondages du gisement. Le tableau II récapitule les coefficients de variation du Zn dans les différents sondages du gisement [2]

Tableau. I : Les coefficients de variation en Pb des sondages du gisement.

Sondages N°	teneurs moyennes du Pb en %	écart type σ	coefficient de variation V en %
55	0,533	0,310	58,1
63	2,76	1,517	54,84
64	1,547	1,425	97,80
66	1,138	1,486	130,5
68	2,949	3,319	112,54
69	0,738	0,767	103,9
73	0,18	0,136	75,5
75	0,337	0,19	58,4
76	0,587	0,479	81,6
78	0,795	1,083	136,22
79	2,221	2,985	134,3
80	0,243	0,154	63,6
81	0,385	0,361	93,7
82	0,652	0,290	44,44
90	0,609	0,698	114,6
93	0,137	0,108	78,8
94	0,431	0,265	61,4
95	1,160	1,131	97,5
97	0,497	0,479	96,3
98	1,322	2,449	185,2
100	2,750	4,109	149,4
102	2,750	4,109	149,4
104	0,693	0,855	123,5

Tableau II : Coefficients de variation du Zn dans les différents sondages du gisement.

N° sondages	teneurs moyennes en Zn, %	écart type σ	$V = \sigma/X$ en %
55	5,608	3,354	59,8
63	4,008	1,095	27,3
64	7,758	10,187	131,3
66	5,112	5,113	100,0
68	8,107	7,034	86,7
69	5,505	4,294	78
73	3,339	2,430	72,77
75	2,923	1,725	59,01
76	5,36	4,747	88,5
78	5,354	6,052	113
79	8,18	6,294	77
80	2,301	1,010	43,89
82	4,3125	0,778	18
90	4,753	3,866	81,21
93	2,755	0,791	28
94	3,730	1,557	41,73
95	8,178	4,625	56,54
97	4,961	3,669	73,95
98	6,165	4,853	78,7
100	6,959	4,869	69,96
102	9,37	6,596	70,37
104	3,792	2,2307	58,82

Annexe IV

Protocole de la mise en solution

1^{ère} étape :



15 ml de HCL + 05 ml de HNO₃
0,5 g de l'échantillon
plaque chauffante avec T°= 120C
jus'qua l'évaporation du l'eau
régale

2^{ème} étape



Dans le même flacon
après l'évaporation et avec
même les conditions
thermique ajout 15 ml de
HCL + 05 de HNO₃
jus'qua l'évaporation

3^{ème} étape



Après l'évaporation ajouté 15 ml de
HCL et remplir avec l'eau distillé à
100 ml

4^{ème} étape



Infiltration par papier
filtre 01µm

Schéma 2. Protocole 'attaque acide

Résumé

L'objectif de cette étude consiste à enrichir par flottation sélective le minerai Plombo-zincifère du gisement d'Amizour. Par la suite caractériser le rejet de cette opération, ce rejet qui représente environ 60 % de ce minerai, est considéré comme un rejet non valorisé dans la mine d'exploitation, ainsi un véritable danger sur l'environnement. Il est principalement composé de silice, d'alumine, de carbonates de calcium, associées à des phases mineurs d'argiles telles que la kaolinite.. Des analyses physico-chimiques de caractérisations sur ce rejet (DRX, FX, FTIR, ATG) ont été faites nous montrent que la composition chimique de ce rejet fait apparaître la possibilité de valorisation dans plusieurs domaines tels que la fabrication d'un clinker pour les ciments, les céramiques, les verres techniques après des traitements préalables de ce rejet.

Abstract

The objective of this study consists in enriching by selective flotation the ore Plombo-zincifère of Amizour. Then to characterize the rejection of this operation. This rejection, which represents approximately 60 % of this ore, is regarded as a rejection not developed in the mine of exploitation, thus a true danger on the environment. It mainly made up of quartz, alumina and calcium carbonates, with associated phases minors of clays such as kaolinite. Physico-chemical analyses of characterization on this rejection (DRX, FX, FTIR, ATG) were made show us that the chemical composition of this rejection made appear the possibility of valorization in several fields such as the manufacture of a clinker for cements, ceramics, technical glasses after preliminary treatments of this rejection.