

*République Algérienne Démocratique Et Populaire*

*Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique*

Université Badji Mokhtar -Annaba



جامعة باجي مختار - عنابة

Badji Mokhtar- Annaba University

Faculté des Sciences de la Terre

Département des Mines

Filière : Génie Minier

## *Thèse*

Présentée en vue d'obtention du diplôme de

**DOCTORAT LMD**

**Etude d'une caractérisation granulo-chimique et  
minéralogique en vue d'une meilleure récupération  
en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Unité SOMIPHOS -Tébessa**

Option : Valorisation des Ressources Minérales

*Par : ATTAFI Imane*

*Devant le jury de soutenance :*

<b>BOUNOUALA Mouhamed</b>	<b>Professeur</b>	<b>UBMA</b>	<b>Président</b>
<b>IDRES Abdelaziz</b>	<b>Professeur</b>	<b>UBMA</b>	<b>Directeur de thèse</b>
<b>MEKTI Zohir</b>	<b>MCA</b>	<b>UBMA</b>	<b>Co-Directeur de thèse</b>
<b>CHETTIBI Mouhamed</b>	<b>Professeur</b>	<b>UBMA</b>	<b>Examineur</b>
<b>AMARA Mourad</b>	<b>Professeur</b>	<b>ENSNN-Alger</b>	<b>Examineur</b>
<b>BOUKEROUI Abdelhamid</b>	<b>Professeur</b>	<b>UA.M.Bejeia</b>	<b>Examineur</b>

*Soutenue le 22/10/2025*

## Remerciements

Je remercie **Dieu** mon créateur de m'avoir donné l'espoir, la force et la détermination pour mener à bien ce travail de recherche.

À **mes parents**, les remerciements ne suffiront pas à expliquer ce que Vous m'avez donné. Merci pour la confiance, l'amour et le soutien que vous avez été et me donnez encore. Je suis fière d'être la fille de deux personnes formidables comme vous.

Je tiens à remercier infiniment mon encadrant, Le professeur **Idres Abdelaziz** pour la direction de cette thèse et pour ces nombreux conseils et sa disponibilité et son soutien sans faille tout au long de ce modeste travail.

Pour mon Co-encadrant, Docteur **Mekti Zohir** je vous remercie pour le soutien que vous m'apportez pendant ma formation doctorale

Je remercie vivement **Pr. Bounouala Mouhamed** pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance.

Je remercie infiniment **Pr. Chettibi Mouhamed, Pr. Amara Mourad et Pr. Boukeroui Abdelhamid** pour m'avoir fait l'honneur d'être des membres de jury de cette thèse.

À :

**Pr. Bounouala Mohamed** le directeur de laboratoire de LAVAMINE

Les ingénieurs de Complexe Minier de Bir El Ater **Rabah Khalifa,**  
**Amara Bassem**

Au docteur **Grain Radouane** du centre de recherche Dr. **Bougabrine**  
**Djanet** de département de géologie

Avec le plus grand respect et appréciation que j'ai pour vous, je vous remercie pour le bon accueil au sein de vos laboratoires de recherche et le soutien pour bien finir cette recherche.

## *Dédicaces*

*Je dédie ce Travail de recherche À*

*Mes parents*

*Mes frères*

*Mon Ange Meriem ilyne notre future docteur*

*À mes Copines et mes collègues Dr. Benaissa Badr El boudour ;*

*Dr. Salhi Salima, Dr. Ben Hammada Khaoula*

## ملخص

يعتبر الفوسفات من أكثر المعادن استخداماً وطلباً في العالم، نظراً لأهميته خاصة في الزراعة، فهو عنصر غذائي ضروري جداً.

حالياً في الجزائر تحتوي ولاية تبسة على جميع رواسب الفوسفات، المنتشرة على أربع مناطق تعدينية. تركز هذه الدراسة البحثية على منجم كاف السنون الذي يغطي مساحة تقارب 250 هكتاراً ويحتوي على احتياطات تقدر بنحو 2 مليار طن، مع نوعين متميزين. الأول لونه بني فاتح وينقسم إلى ثلاث طبقات فرعية (القاعدية، الرئيسية، القمة)، بينما الثاني لونه أسود وينقسم إلى طبقتين فرعيتين (الرئيسية والقمة). يتميز الفوسفات الجزائري بوجود الأباتيت كمعادن مفيدة والولوميت والكوارتز والمواد العضوية كمعادن غير مفيدة.

تقتصر معالجة الفوسفات البني الفاتح والأسود في مجمع جبل العنق للتعدين حالياً على الطبقات الفرعية الرئيسية؛ ويتم اعتبار الطبقات الفرعية الأخرى كنفايات ويتم تخزينها بالقرب من المجمع. ويبين التحليل الكيميائي لهذه الطبقات أنها تحتوي على نسبة عالية نسبياً من الفوسفات تصل إلى 27.78% في الطبقة الفرعية القاعدية من الفوسفات البني الفاتح و18.44% و19.57% للطبقات الفرعية القمة البنية الفاتحة والسوداء على التوالي.

يشكل تخزين هذه الطبقات تحدياً للشركة، ولهذا الغرض فإن الهدف من هذه الدراسة هو تحليل ومعالجة هذه الطبقات باستخدام خليط من ثلاث طبقات فرعية من الفوسفات البني الفاتح وخليط آخر من طبقتين فرعيتين من الفوسفات الأسود كأجزاء تغذية لسلسلة المعالجة.

ومن أجل تحقيق هذا الهدف، تم إجراء سلسلة من عمليات إعداد العينات وتوصيفها. تتضمن هذه التوصيفات دراسة صخرية، وتحليلات كيميائية حبيبية، حيود الأشعة السينية (اكس)، المجهر الإلكتروني الماسح/التحليل الطيفي لتشتت الطاقة، والقياس الطيفي للامتزاز الذري، ومحلل تلقائي، ومقياس برنارد.

وتسمح هذه التحليلات من ناحية بتحديد المراحل المعدنية بطريقة كمية ونوعية، ومن ناحية أخرى اختيار عملية معالجة مشتركة بالتكليس عند 1000 درجة مئوية متبوعة بالتعويم العكسي والتي أعطت نتائج مرضية. يصل المحتوى وتسمح هذه التحليلات من ناحية بتحديد المراحل المعدنية بطريقة كمية ونوعية، ومن ناحية أخرى اختيار عملية معالجة مشتركة بالتكليس عند 1000 درجة مئوية متبوعة بالتعويم العكسي والتي أعطت نتائج مرضية. يصل المحتوى في  $P_2O_5$  إلى 33.88% وفي  $MgO$  إلى 1.26% وفي  $CO_2$  إلى 3.67% بالنسبة للفوسفات البني الفاتح، و33.13% في  $P_2O_5$  و1.33% في  $MgO$  و1.66% في  $CO_2$ ، للفوسفات الأسود، مع إنشاء مخططات معالجة جديدة للمجمع.

**الكلمات المفتاحية:** تبسة؛ الجزائر؛ التوصيف؛ المعالجة؛ التكليس؛ التعويم؛ الفوسفات.

## **Summary**

Phosphate is one of the most widely used and sought-after minerals in the world. Due to its importance, particularly in agriculture, it constitutes an essential nutrient.

Currently in Algeria, the province of Tébessa contains all the phosphate deposits, spread over four mining areas. This research study focuses on the Kef Essenoun deposit, which covers nearly 250 hectares and has reserves estimated at 2 billion tons, with two distinct types. One is beige and is divided into three sub-layers (basal, main, summit), while the other is black and is subdivided into two sub-layers (main and summit). Algerian phosphates are characterized by apatites as useful minerals and dolomite, quartz, and organic matter as useless minerals.

The processing of beige and black phosphates at the Djebel Onk mining complex currently only concerns the main sub-layers ; the other sub-layers are considered waste rock and stored near the complex. Chemical analysis of these sub-layers indicates that they contain fairly high phosphate contents of 27.78% in the basal sub-layer of beige phosphate and 18.44% and 19.57% for the summit beige and black sub-layers, respectively.

The storage of these sub-layers poses a challenge for the company; to this end, the objective of this study is to analyze and treat these stocks while using a mixture of three beige phosphate sub-layers and another mixture of two black phosphate sub-layers as feed fractions for the treatment chain.

To achieve this objective, a series of sample preparation and characterization operations were carried out. This characterization includes a petrographic study, granulochemical analyses, DRX, SEM/EDS, SAA, AA, and Bernard calcimeter. These analyses allow, on the one hand, to identify the mineral phases quantitatively and qualitatively, and on the other hand, to choose a combined treatment process by calcination at 1000°C followed by reverse flotation, which gave satisfactory results. The P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> content reaches 33.88%, MgO 1.26%, and CO<sub>2</sub> 3.67% for beige phosphate and 33.13% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 1.33% MgO, and 1.66% CO<sub>2</sub> for black phosphate, while creating new treatment schemes for the complex.

**Keywords :** Phosphate ; Tébessa ; Algeria ; Characterization ; Treatment ; Calcination ; Flotation.

## Résumé

Le phosphate est l'un des minéraux les plus utilisés et les plus recherchés au monde, en raison de son importance, particulièrement dans l'agriculture, il est un élément nutritif très nécessaire.

Actuellement en Algérie La wilaya de Tébessa renferme tous les gisements de phosphate, répartis sur quatre zones d'exploitation minière. Cette étude de recherche se concentre sur le gisement Kef Essenoun, qui s'étend sur près de 250 hectares et possède des réserves estimées à 2 milliards de tonnes, avec deux types distincts. L'un est beige et se divise en trois sous-couches (basale, principale, sommitale), alors que l'autre est noir et se subdivise en deux sous-couches (principale et sommitale). Les phosphates algériens sont caractérisés par les apatites comme des minéraux utiles et la dolomite, quartz, matière organiques comme des minéraux inutiles.

Le traitement des phosphates beiges et noirs au niveau du complexe minier de Djebel Onk ne concerne actuellement que les sous-couches principales ; les autres sous-couches étant considérées comme des stériles et stockées à proximité du complexe. L'analyse chimique de ces sous couches montre qu'elles renferment des teneurs en phosphate assez élevés arrivant à 27.78% dans la sous-couche basale du phosphate beige, et à 18.44% et 19.57% pour les sous-couches sommitales beige et noir respectivement.

Le stockage de ces sous couches pose un défi pour l'entreprise, à cet effet l'objectif de cette étude est d'analyser et de traiter ces stocks toute en utilisant un mélange de trois sous-couches de phosphate beige et un autre mélange de deux sous-couches de phosphate noir comme des fractions d'alimentation de la chaîne de traitement.

Afin d'atteindre cet objectif, une série d'opérations de préparation des échantillons et de caractérisation a été effectuée. Cette caractérisation comprend une étude pétrographique, des analyses granulo-chimiques, DRX, MEB/EDS, SAA, AA, calcimètre Bernard. Ces analyses permettent d'une part d'identifier les phases minérales de manière quantitative et qualitative, et d'autre part de choisir un procédé combiné de traitement par calcination à 1000°C suivie d'une flottation inverse qui a donné des résultats satisfaisants. La teneur en  $P_2O_5$  atteint 33,88 %, en MgO 1.26%, en  $CO_2$  3.67% pour le phosphate beige ; et 33,13% en  $P_2O_5$ , 1.33% en MgO, et 1.66% en  $CO_2$  pour le phosphate noir, tout en créant des nouveaux schémas de traitement pour le complexe.

**Mots clés :** Phosphate ; Tébessa ; Algérie ; Caractérisation ; Traitement ; Calcination ; Flottation.

## Table des matières

Titre	Page
Remerciement	I
Dédicace	II
ملخص	III
Summary	IV
Résumé	V
Liste des figures	XI
Liste des tableaux	XV
Introduction générale	1
Chapitre 1 : Généralités sur les phosphates	3
1.1 Introduction	3
1.2. Historique de la découverte du phosphore	3
1.3 Sources des roches phosphatées	4
1.3.1 Gisements sédimentaires	4
1.3.2 Gisements magmatiques	5
1.3.3 Gisements métamorphiques	5
1.3.4 Gisement guanos	5
1.4 Variétés minéralogiques du phosphore	6
1.4.1 Particules de minéraux phosphatés	6
1.4.2 Précipités de surface	6
1.4.3 Formes occluses	6
1.5 Minéraux phosphatés courants	8
1.5.1 Minéraux d'apatite	8
1.5.2 Minéral de la francolite	8
1.5.3 Minéral de la collophane	8
1.5.4 Minéral de la dahllite	8
1.6 Minéraux de gangues courantes	8
1.6.1 Minéraux argileux	8
1.6.2 Minéral du quartz	9
1.6.3 Minéral de la dolomite	9
1.6.4 Minéral de la calcite	9
1.7 Production mondiale et réserves des phosphates	9
1.8 Domaines d'utilisation des phosphates	11
1.9 Chimie des phosphates	12
1.9.1 Eléments majeurs	12
1.9.2 Eléments en traces	12
1.10 Fabrication d'acide phosphorique	13
1.10.1 Méthodes de production d'acide phosphorique	13
1.10.1.1 Méthode de fabrication thermique	13
1.10.1.2 Fabrication d'acide phosphorique par voie humide	14
Chapitre 2 : Aperçu sur les phosphates de Djebel Onk	15

2.1 Introduction	15
2.2 Evolution des recherches sur les phosphates de Tébessa	15
2.3 Contexte géologique de la région de Djebel Onk	16
2.3.1 Géologie régionale de la zone de Djebel Onk	16
2.3.2 Etude stratigraphique de la région de Djebel Onk	16
2.3.2.1 Crétacé	18
2.3.2.2 Paléocène	18
2.3.2.3 Eocène	18
2.3.2.4 Miocène	19
2.3.2.5 Quaternaire	19
2.3.3 Structure et tectonique	20
2.3.4 Hydrologie et hydrogéologie	21
2.4 Etude géologique du gisement de Kef Essenoun	21
2.4.1 Géologie locale	21
2.4.2 Tectonique de gisement de Kef Essenoun	22
2.4.3 Description des faciès	22
2.4.4 Caractéristiques des minerais dans les différents faciès lithologiques	24
2.5 Processus de valorisation utilisée pour le gisement de Kef Essenoun	26
2.5.1 Fragmentation	26
2.5.2 Méthode d'enrichissement	27
2.5.2.1 Traitement par voie sèche	27
2.5.2.2 Traitement par voie humide (Débourbage)	29
2.6 Conclusion	31
Chapitre 3 : Méthodes de traitement et synthèse des travaux	32
3.1 Introduction	32
3.2 Méthodes gravimétriques	32
3.2.1 Méthodes en milieu milieux denses	33
3.2.2 Séparation par Jig	35
3.2.3 Concentration par nappe pelliculaire fluente	35
3.3 Séparation magnétique	38
3.3.1 Magnétisme	38
3.3.2 Electro-magnétisme	39
3.3.3 Classement des minéraux selon leurs susceptibilités magnétiques	39
3.4 Séparation électrique	40
3.4.1 Charges et interactions de charges	40
3.4.2 Séparation électrostatique	41
3.5 Calcination	42
3.5.1 Objectifs de calcination	42
3.5.2 Etapes de calcination	42
3.5.3 Trempe et déschlammage du minerai de phosphate calciné	44
3.5.4 Effets de la calcination sur la réactivité des produits phosphatés	45
3.6 Procédé de Flottation	45

3.6.1 Mouillabilité dans la flottation des minerais	45
3.6.2 Hydrophobie et minéralisation des bulles	45
3.6.3 Réactifs de flottation	47
3.6.3.1 Collecteurs	47
3.6.3.2 Moussants	49
3.6.3.3 Régulateurs du milieu	50
3.6.4 Facteurs qui influencent la cinétique de flottation	51
3.6.4.1 Impact de débit d'air sur la vitesse flottation	51
3.6.4.2 Influence de la granulométrie sur la flottation	51
3.6.4.3 Densité de la pulpe	51
3.6.4.4 Composition minéralogique du minerai	52
3.6.4.5 Effet d'autres facteurs sur la flottation	52
3.6.5 Difficultés d'enrichissement par flottation	52
3.7 Lixiviation acide	53
3.8 Synthèse des travaux sur le traitement des phosphates	54
3.8.1 Traitement par calcination et table à secousse	54
3.8.2 Traitement par lavage –calcination	54
3.8.3 Traitement par les méthodes gravimétriques et magnétiques	54
3.8.4 Traitement par lavage par attrition et déschlammage	55
3.8.5 Traitement par séparation électrostatique	56
3.8.6 Traitement par séparation magnétique	56
3.8.7 Traitement par table à secousse	57
3.8.8 Traitement par flottation	57
3.8.9 Traitement par lixiviation	63
3.9 Conclusion	64
Chapitre 4. Caractérisation granulo-chimique et minéralogique des minerais phosphatés	66
4.1 Introduction	66
4.2 Echantillonnage	66
4.3 Préparation mécanique des échantillons	67
4.3.1 Concassage	66
4.3.2 Analyse granulométrique	68
4.3.3 Analyses chimiques	68
4.3.4 Analyse par diffraction des rayons X	69
4.3.5 Analyse par MEB/EDS	69
4.4 Résultats de caractérisation des phosphates beiges	70
4.4.1 Résultats de caractérisation des échantillons de différentes sous couches	70
4.4.1.1 Etude pétrographique	70
4.4.1.2 Résultats d'analyses granulo-chimiques	71
4.4.1.2.1 Analyses granulo-chimiques de la sous couche basale	71
4.4.1.2.2 Analyses granulo-chimiques de la sous couche principale	73
4.4.1.2.3 Analyses granulo-chimiques de la sous couche sommitale	75

4.4.1.3 Diffraction des rayons X	77
4.4.2 Résultats de caractérisation des échantillons de mélange des sous couches beiges	78
4.4.2.1 Analyses granulo-chimiques	78
4.4.2.2 Résultats d'analyse par diffraction des rayons X	80
4.4.2.3 Résultats d'analyse par MEB/EDS	82
4.5 Résultats de Caractérisation des phosphates noirs	84
4.5.1 Résultats de caractérisation des échantillons de différentes sous couches noirs	84
4.5.1.1 Etude pétrographique	84
4.5.1.2 Analyses granulo-chimiques	85
4.5.1.2.1 Analyses granulo-chimiques de la sous couche sommitale des phosphates noirs	85
4.5.1.2.2 Analyses granulo-chimiques de la sous couche principale des phosphates noirs	87
4.5.1.3 Diffraction des rayons X	89
4.5.2 Résultats de caractérisation des échantillons de mélange des sous couches noires	90
4.5.2.1 Résultats d'analyses granulo-chimiques	90
4.5.2.2 Diffraction des rayons X	93
4.5.2.3 Analyse par MEB/EDS	94
4.6 Conclusion	96
Chapitre 5 : Enrichissement des phosphates sédimentaires de gisement de Kef Essenoun	97
5.1 Introduction	97
5.2 Description de protocole des essais	97
5.3 Résultats de traitement de phosphate beige	99
5.3.1 Résultats des essais de calcination	99
5.3.1.1 Résultats d'analyses chimiques	99
5.3.1.2 Résultats d'analyse par DRX	101
5.3.2 Résultats de lavage par attrition de produit calciné	102
5.3.3 Résultats de lavage par attrition de phosphate beige brut	103
5.3.4 Résultats des essais de flottation inverse	103
5.3.4.1 Résultats d'analyses chimiques des phosphates beiges flottés	103
5.3.4.2 Résultats d'analyses par DRX des phosphates beiges flottés	105
5.4 Résultats de traitement de phosphate noir	107
5.4.1 Résultats des essais de calcination	107
5.4.1.1 Résultats d'analyses chimiques	107
5.4.1.2 Résultats de DRX des phosphates noirs calcinés	109
5.4.2 Résultats de lavage par attrition de phosphate noir calciné	110
5.4.3 Résultats de lavage par attrition de phosphate noir brut	110
5.4.4 Résultats des essais de flottation inverse	110
5.4.4.1 Résultats d'analyses chimiques des phosphates noirs flottés	110

5.4.4.2 Résultats de DRX de phosphate noir flotté	112
5.5 Schémas proposés pour le traitement des phosphates de Kef Essenoun	113
5.6 Conclusion	114
Conclusion générale	115
Références Bibliographiques	118
Annexes	

Liste des figures

Figure	Titre	Page
Figure 1.1	Distribution des réserves de phosphate dans le monde	11
Figure I12	Utilisation des phosphates dans l'industrie	12
Figure 2.1	Coupe géologique NNO-SSE du gisement de phosphate de Kef Essennoun	16
Figure 2.2	Carte de situation géographique et géologique des gisements de phosphates de la région de Djebel Onk	17
Figure 2.3	Colonne stratigraphique de la région de Djebel Onk	20
Figure 2.4	Carte structurale de la région du Djebel Onk à l'intérieur du bassin de Gafsa-Métlaoui-Onk	21
Figure 2.5	Gisement de Kef Essennoun (Tébessa Sud)	23
Figure 2.6	Log lithologique du gisement de Kef Essennoun (Tébessa Sud).	24
Figure 2.7	Grains des coprolithes	25
Figure 2.8	Grains des pellets	25
Figure 2.9	Dents de poissons : Dentine (partie interne : étoiles remplies), Email (partie externe : étoiles vides)	26
Figure 2.10	Schéma technologique de la préparation mécanique employée dans le complexe minier Djebel Onk	27
Figure 2.11	Schéma technologique de Traitement par voie sèche	29
Figure 2.12	Schéma technologique de traitement par débouillage	30
Figure 3.1	(a) Séparateur Dyna Whirlpool, (b) Séparateur Tri-Flo	35
Figure 3.2	Écoulement de l'eau sur le pont incliné.	36
Figure 3.3	Particules dérivent dans l'eau qui coule	36
Figure 3.4	a. spirale de Humphrey ; b. stratification des particules	37
Figure 3.5	Table à secousse	38
Figure 3.6	Classification des matériaux selon leurs capacités de conduire	40
Figure 3.7	Organigramme simplifié pour la calcination des minerais de phosphate	44
Figure 3.8	Processus au cours de l'attachement des particules aux bulles	46
Figure 3.9	Adsorption du collecteur à la surface minérale	47
Figure 3.10	Classification des collecteurs ioniques	48
Figure 3.11	Orientation d'une molécule de moussant sur l'interface gaz-liquide	49
Figure 3.12	Séparation gravimétrique des phosphates sédimentaires de Yichang	55
Figure 3.13	Séparation magnétique à haute gradient de minerai de phosphate de Rajasthan et Madhya Pradesh	57
Figure 3.14	Enrichissement du minerai de phosphorite de Tadjikistan.	59
Figure 3.15	Schéma de traitement des phosphates de Kef Essennoun	60
Figure 3.16	Traitement de phosphate de Florida par le procédé conventionnel « Crago » à double flotteur	60
Figure 3.17	Traitement des phosphates des calcaires siliceux par flottation direct-inverse	61

Figure 3.18	Schéma de la flottation sélective des phosphorites de Karatau	61
Figure 3.19	Traitement des phosphates de Karatau par méthode combiné de gravité-flottation	62
Figure 4.1	Discription des sous-couches phosphatées de gisement de Kef Essennoun	67
Figure 4.2	Concasseur à mâchoire à double effet	67
Figure 4.3	Opération de quartage	67
Figure 4.4	Tamiseuse électro-vibrante	68
Figure 4.5	a : Broyeur en mortier, b : Spectrophotométrie d'adsorption atomique(SAA), c : Auto analyseur(AA), d : Calcimetre de Bernard	69
Figure 4.6	Microscopie électronique à balayage QUANTA 250	69
Figure 4.7	Aspect des minéraux à ciment sparitaire de nature calcitique dans le facies des phosphates beiges, LPNA X10. (cop) : Coprolithe ; (Pel) : Pellet ; (gl) : Glauconie ; (ol) : oolite, (DO) : Débris Osseux	70
Figure 4.8	Variation des rendements pondéraux en fonction des tranches granulométriques (sous-couche basale).	71
Figure 4.9	Variation des teneurs en P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> en fonction des ouvertures des mailles (sous-couche basale).	72
Figure 4.10	Variation des pourcentages massiques en fonction de la granulométrie (sous-couche principale)	73
Figure 4.11	Variation des teneurs en P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> en fonction des ouvertures des mailles (sous-couche principale)	74
Figure 4.12	Variation des pourcentages massiques en fonction de la granulométrie (sous-couche sommitale)	75
Figure 4.13	Variation des teneurs en P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> en fonction des ouvertures des mailles (sous-couche sommitale)	76
Figure 4.14	Résultats de DRX de la sous couche basale	77
Figure 4.15	Résultats de DRX de la sous couche principale	77
Figure 4.16	Résultats de DRX de la sous couche sommitale	78
Figure 4.17	Variation des teneurs en P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> en fonction de la granulométrie d'échantillon de mélange beige	79
Figure 4.18	Variation des teneurs en CaO en fonction de la granulométrie de l'échantillon de mélange beige	80
Figure 4.19	Variation des teneurs en CO <sub>2</sub> en fonction de la granulométrie de l'échantillon de mélange beige	80
Figure 4.20	Variation des teneurs en MgO en fonction de granulométrie de l'échantillon de mélange beige	81
Figure 4.21	Résultats de DRX de mélange des sous-couches beiges	82
Figure 4.22	Observation des grains de phosphate sous un microscope électronique à balayage (D : Dolomite ; Cop : coprolithe ; Pel : pellet)	82
Figure 4.23	Résultats du EDS (a : pellet ;b :dolomite ;c :débris osseux)	83

Figure 4.24	Observation microscopique des minéraux phosphatés noirs étudiés ; E-F : minéraux à granulométrie hétérogène dans le faciès des phosphates noirs, LPNA X 5. (gl) : Glauconie ; (OM) : matière organique	84
Figure 4.25	Observation microscopique de phosphate noir dolomitique	85
Figure 4.26	Histogramme de variation des pourcentages massiques des phosphates noirs en fonction de la granulométrie (sous-couche sommitale)	86
Figure 4.27	Histogramme de variation des teneurs en P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> des phosphates noirs en fonction de la granulométrie (sous-couche sommitale)	87
Figure 4.28	Histogramme de variation des pourcentages massiques des phosphates noirs en fonction de la granulométrie (sous-couche principale).	88
Figure 4.29	Histogramme de variation des teneurs en P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> des phosphates noirs en fonction de la granulométrie (sous-couche principale).	89
Figure 4.30	Résultats DRX de la sous couche principale	89
Figure 4.31	Résultats de DRX de la sous couche sommitale	90
Figure 4.32	Variation des teneurs en P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> en fonction de la granulométrie des échantillons de mélange noir	91
Figure 4.33	Variation des teneurs en CaO en fonction de la granulométrie des échantillons de mélange noir	92
Figure 4.34	Variation des teneurs en MgO en fonction de la granulométrie des échantillons de mélange noir	92
Figure 4.35	Variation des teneurs en CO <sub>2</sub> en fonction de la granulométrie des échantillons de mélange noir	93
Figure 4.36	Résultats de DRX des phosphates noirs	94
Figure 4.37	Observation microscopique sous un MEB (Pel : pellet ; DO : débris osseux ; Cop : coprolithe)	94
Figure 4.38	Résultats du EDS de mélange noir (d : débris osseux ; e : coprolithe ; f : dolomite).	95
Figure 5.1	Four à moufle	98
Figure 5.2	Cellule de flottation	98
Figure 5.3	Variation des teneurs en P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> en fonction de la température de calcination	100
Figure 5.4	Variation des teneurs en CaO en fonction de la température de calcination	100
Figure 5.5	Variation des teneurs en CO <sub>2</sub> en fonction de la température de calcination	101
Figure 5.6	Variation des teneurs en MgO en fonction de la température de calcination	101
Figure 5.7	Résultats de DRX de calcination à 1000°C de phosphate beige	102
Figure 5.8	Lavage par attrition dans un agitateur magnétique	102

Figure 5.9	Variation des teneurs en $P_2O_5$ en fonction des mélanges proportionnels des phosphates beiges calcinés lavés et non calcinés lavés	104
Figure 5.10	Variation des teneurs en $MgO$ en fonction des mélanges proportionnels des phosphates beiges calcinés lavés et non calcinés lavés	104
Figure 5.11	Variation des teneurs en $CaO$ en fonction des mélanges proportionnels des phosphates beiges calcinés lavés et non calcinés lavés	105
Figure 5.12	Variation des teneurs en $CO_2$ en fonction des mélanges proportionnels des phosphates beiges calcinés lavés et non calcinés lavés	105
Figure 5.13	Résultats de DRX de flottation de phosphate beige calciné à 100 %	106
Figure 5.14	Résultats de DRX de flottation de mélange proportionnel (60 % calciné, 40 % non calciné)	106
Figure 5.15	Variation des teneurs en $P_2O_5$ en fonction de la température de calcination des phosphates noirs	107
Figure 5.16	Variation des teneurs en $CaO$ en fonction de la température de calcination des phosphates noirs	108
Figure 5.17	Variation des teneurs en $CO_2$ en fonction de la température de calcination des phosphates noirs	108
Figure 5.18	Variation des teneurs en $MgO$ en fonction de la température de calcination des phosphates noirs	109
Figure 5.19	Résultats de DRX de phosphate noir calciné à 1000°C	109
Figure 5.20	Variation des teneurs en $P_2O_5$ en fonction des mélanges proportionnels des phosphates noirs calcinés lavés et non calcinés lavés	111
Figure 5.21	Variation des teneurs en $CaO$ en fonction des mélanges proportionnels des phosphates noirs calcinés lavés et non calcinés lavés	111
Figure 5.22	Variation des teneurs en $MgO$ en fonction des mélanges proportionnels des phosphates noirs calcinés lavés et non calcinés lavés	112
Figure 5.23	Variation des teneurs en $CO_2$ en fonction des mélanges proportionnels des phosphates noirs calcinés lavés et non calcinés lavés	112
Figure 5.24	Résultats de DRX des produits de flottation de phosphate noir calciné à 100 %	113
Figure 5.25	Schéma technologique de traitement de phosphate beige (avec un mélange proportionnel 60 % calciné et 40 % non calciné).	113
Figure 5.26	Schéma technologique de traitement de phosphate noir à 100% calciné ; et phosphate beige à 100% calciné.	114

## Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Tableau 1.1	Structures minéralogiques du phosphore dans les sols	7
Tableau 1.2	Production et réserves des roches phosphatées, en milliers de tonnes	10
Tableau 3.1	Critères de concentration Adaptés à la séparation gravimétrique	32
Tableau 3.2	Critères de concentration des minéraux traités par méthode gravimétrique d'une gangue de densité 2.65g/cm <sup>3</sup>	33
Tableau 3.3	Techniques d'enrichissement et leurs applications pour divers minerais de phosphate	64
Tableau 4.1	Résultats d'analyse granulométrique des échantillons de la sous couche basale	71
Tableau 4.2	Résultats d'analyses chimiques par tranche des échantillons de la sous couche basale	72
Tableau 4.3	Résultats d'analyse granulométrique des échantillons de la sous couche principale	73
Tableau 4.4	Résultats d'analyses chimiques par tranche des échantillons de la sous couche principale	74
Tableau 4.5	Résultats d'analyse granulométrique des échantillons de la sous couche sommitale.	75
Tableau 4.6	Résultats d'analyses chimiques par tranche des échantillons de la sous couche sommitale	76
Tableau 4.7	Résultats d'analyse granulométrique de mélange des sous couches beiges	78
Tableau 4.8	Résultats d'analyses chimiques de mélange des sous-couches beiges	79
Tableau 4.9	Résultats d'analyse granulométrique des échantillons de la sous-couche sommitale	85
Tableau 4.10	Résultats d'analyses chimiques des échantillons de la sous-couche sommitale noire	86
Tableau 4.11	Résultats d'analyse granulométrique des échantillons de la sous-couche principale noire	87
Tableau 4.12	Résultats d'analyses chimiques des échantillons de la sous-couche principale noire	88
Tableau 4.13	Résultats de tamisage de mélange des sous-couches noires	90
Tableau 4.14	Résultats d'analyses chimiques de mélange des sous-couches noires	91
Tableau 5.1	Réactifs/dosages utilisés pendant la flottation inverse des phosphates.	99
Tableau 5.2	Résultats d'analyses chimiques des phosphates beiges calcinés	99
Tableau 5.3	Résultats de lavage des phosphates beiges calcinés à 1000°C	103

Tableau 5.4	Résultats de lavage par attrition du mélange brut des phosphates beiges	103
Tableau 5.5	Résultats des essais de flottation inverse des mélanges beiges calciné lavés et brut lavés	103
Tableau 5.6	Résultats de calcination du phosphate noir à différentes températures.	107
Tableau 5.7	Résultats de lavage de phosphate noir calciné à 1000°C.	110
Tableau 5.8	Résultats de lavage par attrition des mélanges bruts noirs.	110
Tableau 5.9	Résultats des essais de flottation inverse des mélanges noirs calciné lavés et brut lavés	110

## **Introduction générale**

Le phosphate est l'un des minerais les plus primordiaux pour la vie humaine, ainsi que pour l'industrie et l'économie. Il représente la principale source de phosphore [1]. Un élément essentiel pour la production de la majorité des engrais phosphatés à travers le monde[2]; son utilisation dans l'agriculture représente environ 90 % de la demande mondiale totale. Toutefois, les réserves mondiales des phosphates sont limitées et les roches à haute teneur s'épuisent rapidement[3], avec au moins la moitié des réserves prouvées en Afrique du Nord et d'autres grands producteurs comme la Chine, la Russie et les Etats-Unis [2] ; L'Algérie compte parmi les pays les plus riches en phosphate, avec une réserve de deux milliards de tonnes dans toute la zone de Djebel Onk [4]. Mais la production Algérienne de cette substance essentielle est faible par rapport à ses importantes réserves [5].

Les roches phosphatées ont trois origines : sédimentaires, métamorphiques et magmatiques, d'ailleurs 80 à 90% de la production mondiale est des phosphates sédimentaires [6]. Ce type de minéraux phosphatés est toujours associé à la matière organique, qui a un impact significatif sur la qualité des produits phosphatés concentrés, de plus leur présence provoque la formation de mousses lors de la fabrication de l'acide phosphorique par voie humide, ce qui augmente la consommation d'acide sulfurique, la réduction des sulfates en sulfures, et provoque également une corrosion intense des équipements [7].

Afin de lutter contre les effets négatifs de ce type de gangue, plusieurs méthodes de traitement sont utilisées dans les complexes miniers tels que l'enrichissement gravimétrique, électrostatique, le lavage, la calcination et la flottation, qui est l'une des méthodes les plus couramment employées pour enrichir les phosphates sédimentaires [8].

Le phosphate Algérien exploité au gisement de Kef Essenoun est d'origine sédimentaire, et se subdivise en deux types : l'un noir et l'autre beige. Les méthodes de traitement actuellement appliquées dans le complexe minier de Djebel Onk, basées sur le débouillage et le dépoussiérage, ne concernent que les sous couches principales, tandis que des millions de tonnes d'autres sous couches sont stockées comme des stériles. Pourtant, l'une des principales orientations du développement économique de l'Algérie est la croissance de la production d'engrais phosphatés, élément essentiel pour assurer la sécurité alimentaire du pays [9]. Cependant, la méthode traditionnelle d'enrichissement, ainsi que le stockage des autres sous couches, ne sont pas adéquats pour atteindre cet objectif. Ainsi, afin de résoudre cette problématique, il devient indispensable de développer une technologie performante permettant l'enrichissement efficace des minerais phosphatés.

L'élaboration d'un nouveau schéma d'enrichissement pour le complexe minier de Djebel Onk repose principalement sur les propriétés de la gangue associée aux minéraux précieux. Afin d'identifier nature de cette gangue, différentes analyses granulo-chimique et minéralogique ont été réalisées pour déterminer la méthode de traitement la plus appropriée sur le plan économique et industriel.

A cet effet la thèse comprend cinq chapitres, à savoir :

- Le premier chapitre se concentre à la présentation de l'origine du phosphate et ses minerais, ses formes minéralogiques, les principales minéraux et les éléments de la gangue, les domaines d'utilisation du phosphate ainsi les réserves mondiales.

- Le deuxième chapitre englobe la situation géographique du gisement de phosphate de Kef Essenoun, les conditions géologiques ainsi les différentes étapes de traitement au niveau du complexe minier de Djebel Onk.

- Le troisième chapitre porte sur les différentes méthodes de traitement à savoir les méthodes gravimétriques, magnétiques, électrostatiques, la lixiviation, la calcination, le principe de la flottation, ses réactifs et les paramètres qui influent sur le travail d'une cellule de flottation, ainsi des synthèses des travaux sur le traitement des phosphates dans le monde entier.

- Le quatrième chapitre vise aux différents analyses granulo-chimique et minéralogique effectués sur les deux types de phosphate de Kef Essenoun.

- Le cinquième chapitre est consacré pour la nouvelle méthode de traitement combinée de deux différents types de phosphate sédimentaire le beige et le noir.

## **Chapitre 1 : Généralités sur les phosphates**

### **1.1 Introduction**

Le phosphate, tout comme de nombreux minéraux, n'est pas présent dans la nature à l'état pur. On le trouve souvent lié aux calciums et fluor, ainsi qu'avec le fer, l'aluminium, le sodium, le magnésium, et le chlore. Il se trouve dans différents minerais tels que l'apatite, la francolite, la collophane et la dahllite.

Les roches phosphatées peuvent être de trois origines différentes : magmatiques, métamorphiques et sédimentaires qui constituent environ 90% de la production mondiale des phosphates.

En général, le phosphate est associé à la famille des apatites. Cette substance est extraite de nombreuses mines à ciel ouvert dans le monde entier, et cela est dû à ses multiples propriétés qui lui permettent d'être exploité dans de nombreux secteurs tels que la fabrication d'acide phosphorique.

### **1.2 Historique de la découverte du phosphore**

En 1669, Hennig Brandt fait la découverte du phosphore à partir de l'urine en Allemagne. Cet objet est une substance blanche qui brille dans l'obscurité et qui brûle en générant une lumière éclatante [10].

Le terme « phosphate » désigne une roche, minéral ou un sel contenant des composés de phosphore en quantité suffisante pour être employés dans la fabrication de produits phosphatés [11].

L'usage de produits phosphatés est mentionné pour la première fois dans un texte scientifique, sans doute dans les éléments d'agriculture, en 1762, de Duhamel du Monceau. Il mentionne que les déchets d'os et d'ivoire utilisés artisanalement sont bénéfiques. Cependant, il était inconscient qu'il pourrait s'agir de phosphore, car Scheele ne le prouve qu'après quelques années.

À Sheffield, en Angleterre, on dit qu'en 1770, les résidus de fabrication de manches de couteau en os étaient employés. En 1799, le chimiste écossais Lord Dundonald démontre et déclare scientifiquement que les débris d'ossements étaient des fertilisants (probablement en terre très acide). En 1804, Théodore de Saussure étudie de nombreuses plantes à Genève. Il précise assez brièvement à la fin de son livre qu'elles sont toutes phosphorées. D'ailleurs, il ne dit pas quelle est sa méthode de caractérisation.

Le chimiste écossais James Murray a pulvérisé les phosphates à l'aide de l'acide sulfurique en 1816 ou 1817 dans un simple baquet en bois. Il nomme son produit « superphosphates » en 1837 [12].

### **1.3 Sources des roches phosphatées**

Les gisements de roche phosphatée sont généralement classés en trois catégories principales selon leur provenance : sédimentaires ; ignés et métamorphiques ; ainsi qu'une autre catégorie des biogènes issus du guano des oiseaux [13].

Les engrais phosphatés sont principalement produits à partir de roches phosphatées contenant une certaine forme d'apatite. Les roches phosphatées présentent une grande diversité de caractéristiques minéralogiques, texturales et chimiques selon leur provenance [14].

#### **1.3.1 Gisements sédimentaires**

Le phosphate est produit à plus de 80 % dans le monde grâce à l'exploitation des roches sédimentaires [6]. Ces derniers sont présents dans toutes les époques géologiques. Il semble que la majorité des sédiments ont été produits dans des conditions marines sur des plateaux continentaux. Les compositions chimiques des produits sont variées et la forme physique varie considérablement.

Pendant plus de 100 ans, les dépôts insulaires, un type de dépôt sédimentaire lié aux îles océaniques (comme Nauru et l'île Christmas), ont été une importante source de roche phosphatée. Cependant, la plupart de ces dépôts ont été complètement épuisés ou leur durée de vie prévue est courte [14].

Les sédiments contenant des phosphates peuvent être des matériaux meubles non consolidés, des matériaux peu cimentés ou des roches fortement indurées.

Les phosphorites se présentent sous la forme de nodules de 0,25 à 0,35mm de diamètre dans les formations marines associées à la dolomie et au calcaire. Ces nodules sont générés par le minéral francolite, une fluoroapatite carbonatée. Ces nodules d'aragonite sont initialement phosphatisés par les ions de phosphate marin [11].

Selon McConnell (1938), la francolite est une apatite qui renferme une grande quantité de CO<sub>2</sub>, avec plus de 1% de fluor.

Les roches sédimentaires contenant des apatites les plus fortement substituées par des carbonates ne peuvent être enrichies en phosphate qu'à des concentrations maximales de 33-34% en poids de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> [14].

Les formations de phosphorite sont très épaisses et peuvent atteindre une épaisseur de quelques centimètres à plusieurs mètres. Il est également possible que la concentration en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> varie considérablement, passant de quelques pour-cent seulement à plus de 35% dans les couches entièrement composées de nodules de francolite. Des hydrocarbures brun foncé ou noir sont également présents à l'intérieur des couches de phosphorite, accompagnés de quantités variables de matériel détritique.

Les gisements de phosphorites se trouvent principalement à des altitudes basses, entre 0 et 40 degrés d'altitude [11].

Les réserves de phosphates exploitées mondialement représentent généralement plus de 15% de  $P_2O_5$ , ce qui en fait une ressource très importante, pouvant parfois atteindre des centaines de millions de tonnes. Au niveau mondial, les principaux gisements exploités se trouvent en Floride (États-Unis) et en Maroc, Sahara espagnol, Algérie et Tunisie. Des autres gisements sont exploités dans différents pays d'Asie, d'Océanie et d'Amérique du Sud [11].

### **1.3.2 Gisements magmatiques**

Environ 15% de la production mondiale de phosphates est produite dans les dépôts ignés, où le phosphate est fluoro-apatite [11].

Les phosphates ignés sont souvent associés à des formations carbonatées et/ou des intrusions alcalines (avec une faible teneur en silice), et généralement à faible concentration (moins de 5% de  $P_2O_5$ ) ; cependant, ils peuvent être convertis en produits à concentration élevée (d'environ 35% à plus de 40% en  $P_2O_5$ ).

Dans quelques gisements magmatiques, comme le gisement de Kola en Russie, les cristaux d'apatite sont présents dans une roche dure. Les roches ignées peuvent contenir de l'apatite d'origine magmatique primaire, hydrothermale ou secondaire. L'apatite primaire issue de sources ignées peut être composée de différentes variétés telles que la fluorapatite, l'hydroxylapatite ou la chlorapatite. Les apatites pures issues de gisements ignés renferment une quantité de  $P_2O_5$  légèrement supérieure à 42% [14].

La distribution de ces gisements est très étendue en Amérique du Nord, en Amérique du Sud (Brésil), en Afrique du Sud et en Inde [15].

### **1.3.3 Gisements métamorphiques**

On peut classer les roches sédimentaires phosphatées et les roches ignées qui ont subi un enfouissement extrêmement profond (sous haute pression et éventuellement sous forces de cisaillement et/ou de chaleur) dans une troisième catégorie de roches phosphatées : les roches phosphatées métamorphiques [14].

L'apatite est une substance minérale relativement répandue dans les roches métamorphisées [11].

### **1.3.4 Gisements guanos**

Les gisements de ce type n'ont pas d'importance historique, car ils représentent inférieur de 5% de la production mondiale de phosphate. L'accumulation des déjections animales, principalement des oiseaux de mer, forme les guanos.

Ces stocks peuvent parfois être très importants ; par exemple, ceux de l'île Christmas dans l'océan Indien contiennent plus de 200 millions de tonnes de phosphate [11].

## 1.4 Variétés minéralogiques du phosphore

Il existe trois catégories de phosphore minéral dans les sols et les sédiments : les particules de minéraux phosphatés, les précipités de surface et les formes occluses.

### 1.4.1 Particules de minéraux phosphatés

Ci-dessous, on n'expose que les principales substances phosphatées présentes dans les sédiments.

#### a. Phosphates de calcium (P. Ca)

- Apatite :(fluoroapatite, chloroapatite, hydroxyapatite) ;
- Hydrogénophosphate de calcium dihydraté :  $\text{CaHPO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$ ,
- Dihydrogénophosphate de calcium monohydraté :  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2, \text{H}_2\text{O}$  ;
- Phosphate d'octacalcium pentahydraté :  $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6, 5\text{H}_2\text{O}$  ;
- Phosphate tri calcique :  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ .

#### b. Phosphates d'aluminium (P - Al)

- Variscite :  $\text{Al PO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$  ;
- Wavellite :  $\text{Al}_3(\text{PO}_4)_2(\text{OH})_3, 5\text{H}_2\text{O}$ .

#### c. Phosphates de fer (P - Fe)

- Strengite:  $\text{FePO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$  ;
- Vivianite:  $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2, 8\text{H}_2\text{O}$  ;
- Dufrenite:  $\text{Fe}^{\text{II}}\text{Fe}_4^{\text{III}}(\text{PO}_4)_3(\text{OH})_5, 2\text{H}_2\text{O}$ .

#### d. Phosphates doubles de fer et d'aluminium

- Barrandite :  $(\text{Al}, \text{Fe}) \text{PO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$ .

Parmi ces substances, les plus couramment rencontrées sont la fluoroapatite et les phosphates de fer.

### 1.4.2 Précipités de surface

Ces cristaux, décrits ci-dessus, se précipitent à la surface de certains éléments :

- Les phosphates de calcium se précipitent sur des carbonates de calcium ;
- Les phosphates d'aluminium se précipitent sur des aluminosilicates ou sur la gibbsite ;
- Les phosphates de fer se précipitent sur des oxydes de fer.

### 1.4.3 Formes occluses


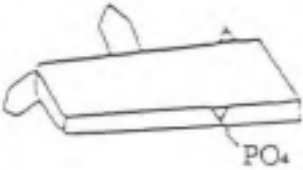


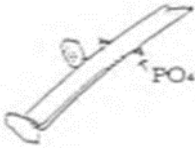


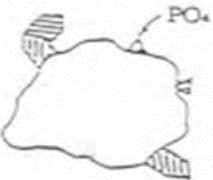


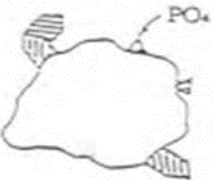

Les principales catégories de formes occluses sont :

- Des matrices de carbonate de calcium et de silice contiennent des phosphates de calcium.
- Des matrices d'oxydes de fer contiennent des phosphates d'aluminium ;
- Les phosphates de fer sont solubles dans un milieu réducteur et se trouvent dans des oxydes de fer ;

- Les oxydes de fer contiennent des phosphates de fer, d'aluminium et des phosphates doubles de fer et d'aluminium [16].

Le tableau suivant présente les structures minéralogiques du phosphore dans les sols.

**Tableau 1.1.** Structures minéralogiques du phosphore dans les sols [16].

Particules des minéraux phosphatés	Précipités de surface	Phosphates occlus
<p><b>Apatite, phosphates de dicalcium, etc...</b></p> 	<p><b>Phosphates de calcium précipités sur le carbonate de calcium</b></p> 	<p><b>Phosphates de calcium dans carbonate de calcium, silice, etc...</b></p> 
<p><b>Phosphate d'aluminium (type variscite, wavellite, etc...)</b></p> 	<p><b>Phosphates d'aluminium précipités sur aluminosilicates ou gibbsite</b></p> 	<p><b>Phosphate d'aluminium dans oxyde de fer</b></p> 
<p><b>Phosphate de fer de type strengite, dufrenite, etc...</b></p> 	<p><b>Phosphates de fer précipités sur oxyde de fer</b></p> 	<p><b>Phosphate solubles en milieu réducteur dans oxydes de fer</b></p> 
<p><b>Phosphate double (aluminium, fer) type barrandite.</b></p> 		<p><b>Phosphate d'aluminium et de fer et phosphate double (Al-Fe) dans oxydes de fer</b></p> 

## 1.5 Minéraux phosphatés courants

### 1.5.1 Minéraux d'apatite

- Tous les minéraux phosphatés sont basés sur la chlorapatite, l'hydroxyapatite et la fluorapatite, fréquemment, la fluorapatite se manifeste sous la forme de gros cristaux bien développés dans les gisements de phosphate ignés.

- On trouve beaucoup moins d'hydroxyapatite et de chlorapatite dans la nature.

- Les phosphates sédimentaires (francolite, collophane, dahllite) présentent une variété de substitutions ioniques dans la composition de l'apatite.

### 1.5.2 Minéral de la francolite

Les minéraux apatites riches en carbonate, tels que la francolite, sont fréquemment présents dans les dépôts sédimentaires.

### 1.5.3 Minéral de la collophane

Le collophane ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_3\text{F}$ ) est un sédiment phosphaté contenant des éléments carbonatés, hydroxylés et fluorés. En outre, il est capable de renfermer des quantités importantes de  $\text{H}_2\text{O}$  adsorbé.

De nombreuses réserves de phosphate à travers le monde contiennent également du collophane, dont les minerais de phosphate jordaniens, indiens et chinois.

### 1.5.4 Minéral de la dahllite

La dahllite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_3(\text{OH})$ ) est une hydroxyapatite carbonatée présente principalement dans les sédiments marins.

La différence majeure entre la dahllite et la francolite est la présence de fluor [13].

## 1.6 Minéraux de gangue courants

### 1.6.1 Minéraux argileux

Plusieurs catégories de phosphates sédimentaires renferment des argiles fines comme la montmorillonite ( $\text{Si}_8\text{Al}_{3,5}\text{Mg}_{0,5}\text{O}_{20}(\text{OH})_4$ ), la palygorskite ( $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_4 \cdot (\text{H}_2\text{O})$ ) et la kaolinite ( $\text{Al}_4(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_8$ ).

Des tamis de lavage et des hydrocyclones de déschlammage sont souvent employés pour l'élimination des argiles des minerais de phosphate.

Les argiles peuvent influencer considérablement les méthodes de flottation en recouvrant les minéraux phosphatés. En modifiant les interactions avec les réactifs et en accroissant la consommation des réactifs chimiques.

### **1.6.2 Minéral du quartz**

L'utilisation de quantités importantes de quartz ( $\text{SiO}_2$ ) entraînera une augmentation du volume de la boue de phosphate et générera une augmentation de la consommation de réactifs. La grande quantité de boue de phosphate augmentera les frais de pompage.

L'érosion de l'équipement et l'augmentation de la demande de filtrage sont d'autres effets négatifs de la silice, les amines sont un collecteur efficace pour éliminer le quartz par flottation.

Néanmoins, une partie de la silice réactive est utile lors de la production d'acide phosphorique, car elle empêche la formation d'acide fluorhydrique corrosif en produisant du  $\text{SiF}_4$  et du fluosilicate à la place.

### **1.6.3 Minéral de la dolomite**

La présence de magnésium et de carbonate dans la dolomite ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) est un problème majeur. La présence de Mg est généralement représentée par  $\text{MgO}$ .

La dolomite entraîne deux problèmes majeurs lors de la production d'acide phosphorique par voie humide si elle n'est pas éliminée ;

- Accroître la consommation d'acide sulfurique, ce qui entraîne une hausse des frais de traitement ;
- Accroître la viscosité du liquide, ce qui diminue les taux de filtration au cours d'élimination du gypse solide de l'acide phosphorique ;
- La dolomie et la francolite sont difficiles à séparer, car les minéraux sont très semblables sur le plan minéralogique.

### **1.6.4 Minéral de la calcite**

Dans la méthode humide de production d'acide phosphorique, la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) entraîne une augmentation indésirable de la consommation d'acide sulfurique et comme la dolomite et la calcite ont des propriétés similaires à celles des minéraux phosphatés, il est difficile à traiter avec les méthodes habituelles [13].

## **1.7 Production mondiale et réserves des phosphates**

- Les minerais de phosphorite sont la principale source de phosphore. Les réserves les plus importantes se trouvent en Russie, au Kazakhstan, en Estonie, aux États-Unis et au Maroc.
- La teneur moyenne en  $\text{P}_2\text{O}_5$  des minerais provenant des gisements russes est d'environ 13%, tandis qu'aux États-Unis elle est de 15 à 32% et au Maroc de 29 à 34% [17].
- Les gisements sédimentaires produisent entre 80 et 90% des phosphates, le reste de la production mondiale des phosphates est à partir des gisements magmatiques [18].

- Les réserves mondiales de phosphore sont estimées à 67,776 Mt en 2014 principalement situées au Maroc et au Sahara occidental, avec un pourcentage de 73%.

- La réserve de P de la Chine est la deuxième plus grande au monde, avec un pourcentage de 5,3% [19].

Les réserves de phosphate sédimentaire en Afrique du Nord, Colombie, l'ouest des États-Unis et en Caroline du Nord contiennent des quantités significatives de matière organique [13].

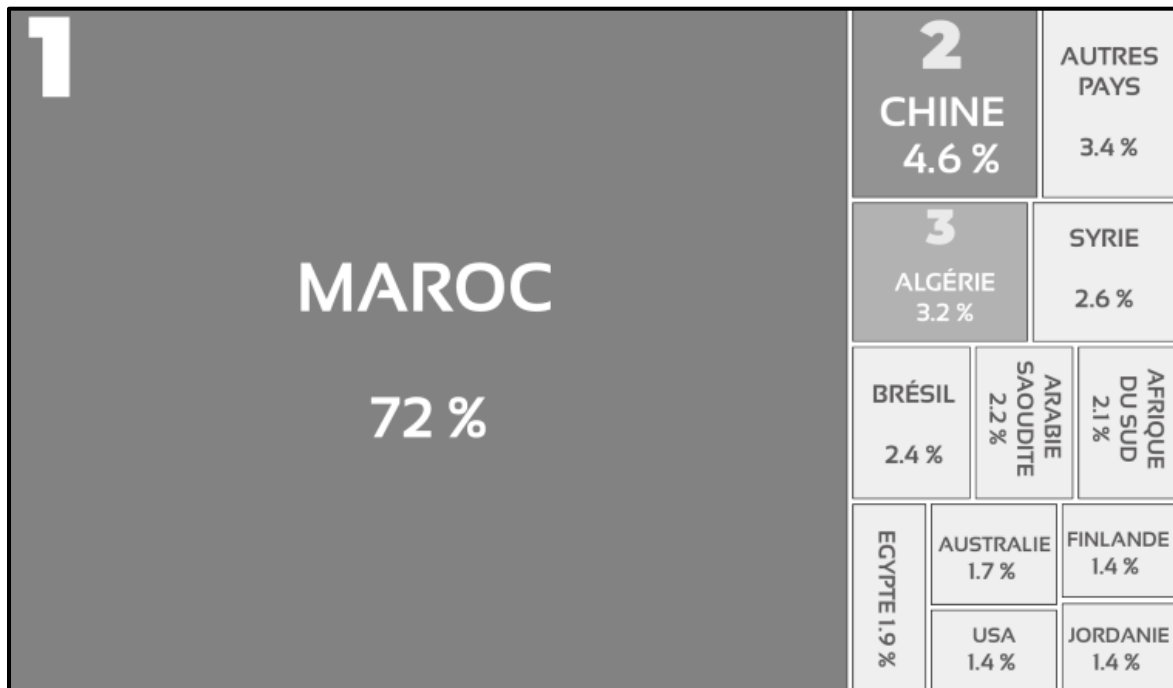
Selon l'USGS (United States Geological Survey), les ressources mondiales en phosphate ont été estimées à 70 milliards de tonnes métriques [20].

Le tableau suivant présente la production et les réserves mondiales des roches phosphatées.

**Tableau 1.2. Production et réserves de roches phosphatées, en milliers de tonnes [21].**

Pays	Production minière, 2021	Part production mondiale, %	Réserves, 2021	Part des réserves mondiales, %
Chine	85 000	38,6	3 200 000	4,5
Maroc	38 000	17,3	50 000 000	70,4
Etats-Unis	22 000	10,0	1 000 000	1,4
Fédération de Russie	14 000	6,4	600 000	0,8
Jordanie	9 200	4,2	1 000 000	1,4
Arabie Saoudite	8 500	3,9	1 400 000	2,0
Brésil	5 500	2,5	1 600 000	2,3
Egypte	5 000	2,3	2 800 000	3,9
Viêt Nam	4 700	2,1	30 000	0,0
Pérou	3 800	1,7	210 000	0,3
Tunisie	3 200	1,5	100 000	0,1
Australie	2 200	1,0	1 100 000	1,5
Sénégal	2 200	1,0	50 000	0,1
Afrique du Sud	2 000	0,9	1 600 000	2,3
Kazakhstan	1 500	0,7	260 000	0,4
Inde	1 400	0,6	46 000	0,1
Algérie	1 200	0,5	2 200 000	3,1
Togo	1 200	0,5	30 000	0,0
Finlande	1 000	0,5	1 000 000	1,4
Autres	1 000	0,5	2 600 000	3,7
Ouzbékistan	900	0,4	100 000	0,1
Turquie	600	0,3	50 000	0,1
Mexique	500	0,2	30 000	0,0

La figure 1.1 illustre la distribution des réserves de phosphate dans le monde.



**Figure 1.1.** Distribution des réserves de phosphate dans le monde [20].

## 1.8 Domaines d'utilisation des phosphates

Le phosphore joue un rôle important en tant qu'un élément nutritif pour les plantes [22]. Il est extrait du sol par les plantes sous forme de sels solubles de phosphore et le transforment en protéines phosphorées.

Étant donné que la reconstitution naturelle du phosphore est peu importante, il est essentiel de compenser le manque de composés phosphorés, qui sont indispensables pour les plantes, en utilisant des engrais phosphorés [23] ;

Dans l'industrie des engrais, environ 90% - 95% des phosphates ont été utilisés, tandis que les utilisations non agricoles du phosphate représentent environ 5% de l'industrie du phosphate ;

- le phosphate a un rôle essentiel dans l'industrie des détergents car son ajout améliore leur efficacité ;
- Les boissons gazeuses en bouteille contiennent des composés phosphatés qui empêchent la prolifération des bactéries et régulent le pH ;
- Il occupe une place primordiale dans la reproduction de l'ADN des êtres vivants, dans le transfert d'énergie et dans la création des cellules membranaires.
- La production de batteries de lithium [19] ;
- Le phosphate est également utilisé pour la fabrication de dentifrices et de crèmes dentaires, de traitement des eaux, de l'industrie pharmaceutique, d'explosifs, d'aliments pour animaux et de produits pharmaceutiques, etc.

La figure 1.2 illustre d'autres utilisations des phosphates.

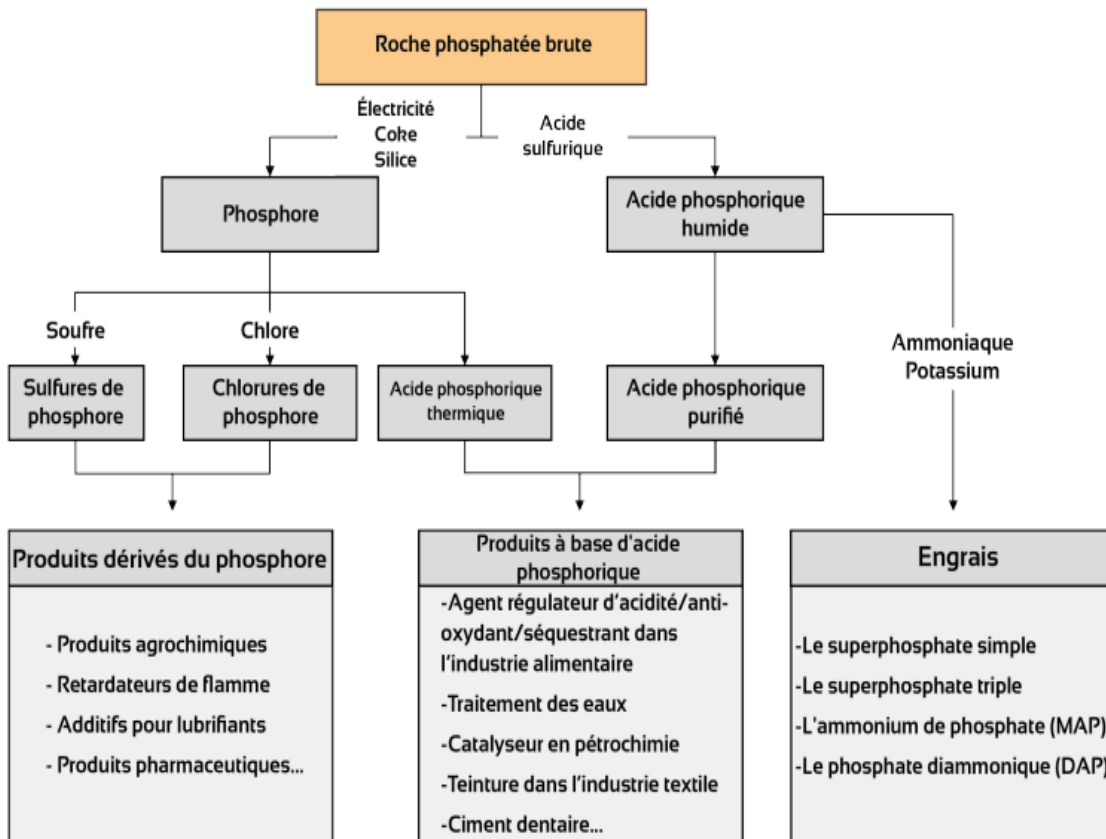


Figure 1.2. Utilisation des phosphates dans l'industrie [20] .

## 1.9 Chimie des phosphates

Plusieurs éléments sont associés aux phosphates, ces derniers étant divisés en deux catégories principales : les éléments principaux et les éléments en traces.

### 1.9.1 Eléments majeurs

Les principaux composants présents dans les phosphates sont :  $P_2O_5$ ,  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $Na_2O$ ,  $K_2O$ ,  $SO_3$ , l'oxyde calcium, l'oxyde de magnésium et le dioxyde de carbone ainsi que la présence du Fluor, de chlore et  $H_2O$  [24].

### 1.9.2 Eléments en traces

Les éléments en traces existés sont : Argent, Arsenic, Molybdène, Nickel, Vanadium, Zinc, Chrome, Cuivre, Antimoine, Sélénium et Cadmium, Strontium, Uranium, Thorium et des terres rares [25].

## 1.10 Fabrication d'acide phosphorique

L'acide phosphorique est un oxacide composé de phosphore de formule  $H_3PO_4$ , présentant une importance industrielle. À température ambiante, il est un solide cristallin de densité 1.83, qui se fond à une température de  $42.35^\circ C$ . Il est généralement conservé et vendu sous forme de solution.

### 1.10.1 Méthodes de production d'acide phosphorique

#### 1.10.1.1 Méthode de fabrication thermique

La fabrication de l'acide phosphorique par voie thermique est basée sur des réactions en phase gazeuse. L'étape initiale consiste à obtenir le phosphore sous forme élémentaire (P) phosphore blanc, avec une température de fusion ( $T_f = 33^\circ C$ ) et une température d'ébullition ( $T_b = 280^\circ C$ ). Afin d'obtenir la forme élémentaire du phosphore à partir de minerai, il est nécessaire de procéder à une réduction de ce minerai dans un four électrique en utilisant du coke comme réducteur. La réaction se déroule à une température moyenne supérieure à  $1500^\circ C$ .

Ensuite, le phosphore est oxydé par l'oxygène (à des températures de  $1200^\circ C$  à  $1300^\circ C$ ) dans un autre réacteur, puis absorbé par de l'eau. Ce processus a l'avantage de produire un acide pur, mais il est coûteux car il consomme beaucoup d'énergie.

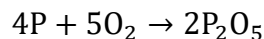
Les étapes et les réactions successives sont les suivants :

#### a. Réaction de Réduction



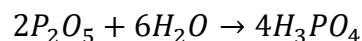
La silice est considérée comme un fondant, elle retient les métaux sous forme de silicate et donne lieu à la formation d'un laitier facile à séparer.

#### b. Combustion peroxydation



Cette réaction en phase de gaz avec une quantité excessive d'air (au moins 4% d'oxygène à la sortie) est nécessaire pour assurer une conversion complète et prévenir la formation d'anhydride phosphoreux.

#### c. Absorption



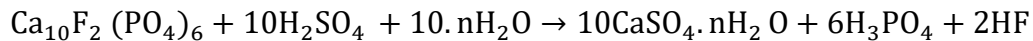
L'eau est absorbée dans une ou plusieurs colonnes en fonction du degré de pureté souhaité.

### **1.10.1.2 Fabrication d'acide phosphorique par voie humide**

Cette méthode repose sur l'utilisation d'acide sulfurique concentré (75%-98%) pour attaquer les minerais naturels contenant du phosphore. En règle générale, les minerais sont constitués de fluorophosphate de calcium carbonaté, souvent associé à du fer-aluminium. Le fluor est parfois remplacé par le chlore ou l'hydroxyde.

La fluorapatite est un minerai très utilisé, qu'on trouve facilement en Asie, en Afrique et en Amérique, mais assez peu en Europe.

La réaction chimique globale de base avec l'acide sulfurique est la suivante pour le minerai de fluorapatite :



Avec  $n = 0, 1/2$  ou  $2$ .

Globalement, cette réaction est exothermique et se produit dans un réacteur cuve énorme car tout se déroule en phase liquide vu que l'acide d'attaque est liquide. Grâce à un mélange optimal de ce réacteur cuve, les échanges physiques de matière seront facilités, les réactions chimiques et les transferts de chaleur seront favorisés.

Une fois la réaction terminée, une étape de filtration est effectuée afin de supprimer les sulfates non solubles tels que le  $\text{CaSO}_4$  (phosphogypse). L'acide phosphorique présent dans le mélange filtré n'est pas très abondant (30% de  $\text{P}_2\text{O}_5$  ou 41,4% de  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) et les traitements suivants ont pour objectif de séparer et de purifier l'acide obtenu. Le poids de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  peut varier de 42% à 62%, voire 75%, mais cela varie généralement en fonction des procédés utilisés.

En réalité, cette méthode d'obtention n'est pas très coûteuse, mais elle ne produit pas non plus un acide très concentré (au maximum 75% en  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ). Ce procédé permet également d'obtenir une quantité importante de sous-produit valorisable, à savoir le gypse ou  $\text{CaSO}_4(\text{H}_2\text{O})_2$ [4].

## **Chapitre 2 : Aperçu sur les phosphates de Djebel Onk**

### **2.1 Introduction**

Dans le monde entier, il y a de plusieurs mines qui cherchent à extraire le phosphate en tant que première étape avant de le transporter vers les laveries pour le valoriser et produire des concentrés de bonne qualité et marchand.

En Algérie il existe différents secteurs miniers du phosphate dans la région de Bir EL Ater à savoir : Bled El Hadba ; Djebel Onk Sud ; Djebel Onk Nord ; Oued Betita ; L'exploitation se fait aujourd'hui dans les gisements de Kef Essenoun et de Bled El Hadba. Le gisement Kef Essenoun qui constitue l'objet de cette étude se trouve à environ 7km au sud-est de la région de Bir el Ater, et couvre une superficie d'environ 250 hectares.

### **2.2 Évolution des recherches sur les phosphates de Tébessa**

Depuis le 18<sup>ème</sup> siècle, des études sur les phosphates algéro-tunisiens ont été réalisées. Philippe Thomas a découvert les couches de phosphate en 1873 près de Rass-El Ajoun au sud-ouest de la Tunisie.

En 1893, l'exploitation du gisement de Djebel Dyr a débuté, dans cette période, l'exploitation débuta également au Kouif. Toutefois, En 1908, Djebel Dyr est abandonné en raison des conditions d'exploitation et des niveaux de phosphore faibles, et la mine d'El Kouif continua à assurer la production principale.

M. Joleau a découvert le gisement de Djebel Onk en 1906-1907, où il a mis au jour deux couches phosphatées à Djemi-Djema au sud de Djebel Onk.

Dès l'indépendance (1963), et jusqu'à la fermeture de la mine en 1979, le gisement d'El Kouif a été exploité par la Société Nationale de la Recherche Minière (SONAREM).

Une exploration approfondie a été réalisée dans la région de « Tébessa Sud » après la fermeture de la mine d'El Kouif. Entre 1961 et 1963, le bassin du Djebel Onk a été utilisé pour les levés radiométriques aéroportés.

En février 1965, la « Société de Djebel Onk » a commencé à exploiter les gisements de Djebel Onk à Djemi-Djema.

De 1971 à 1974, la Société nationale de la recherche minière (SO.NA.RE.M) a recommencé à étudier et à prospecter les phosphates de l'Est algérien, en effectuant plus de levés aéro-radiométriques.

De 1985 à 1987, la Société nationale du fer et des phosphates (FERPHOS) a confié à l'Entreprise de recherche minière (EREM) la mission de faire des recherches et des évaluations des ressources en phosphates de tous les gisements potentiels [25].

## 2.3 Contexte géologique de la région de Djebel Onk

### 2.3.1 Géologie régionale de la zone de Djebel Onk

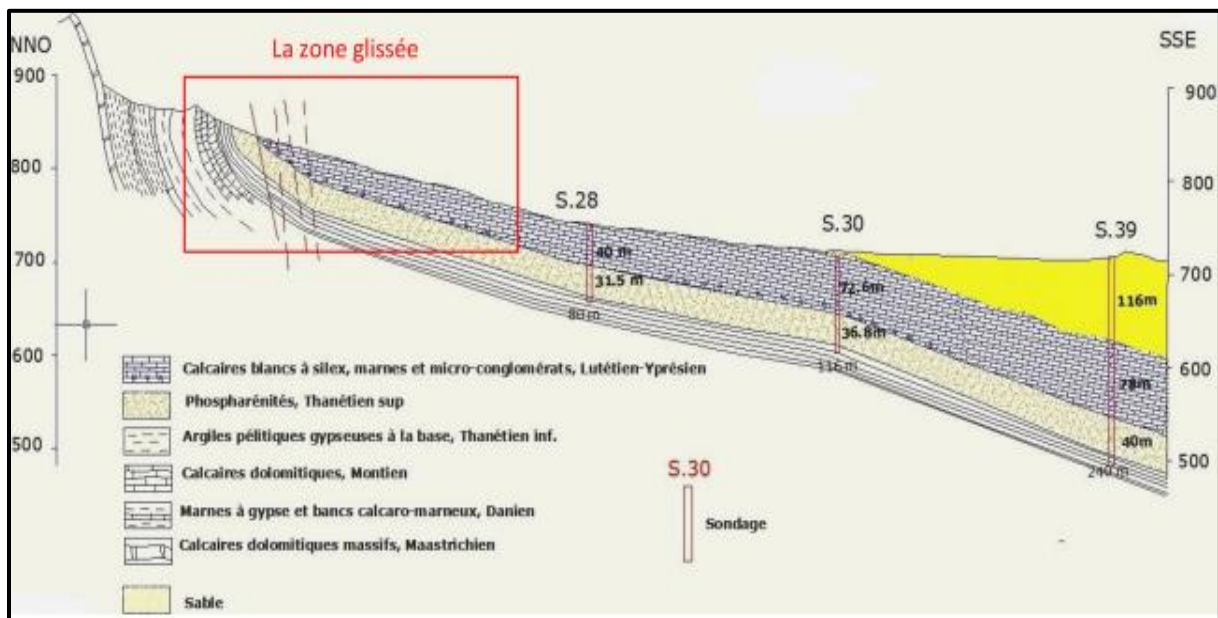
Djebel Onk est situé au Sud-Est de l'Algérie, à 100km au Sud-Ouest de Tébessa et à 20km de la frontière entre l'Algérie et la Tunisie, Cette zone est le front naturel entre les hauts plateaux du constantinois et le domaine saharien.

Il se trouve dans un massif montagneux calcaire long d'une vingtaine de kilomètres et culminant à 1198m au Djebel Tarfaya. La zone de Djebel Onk est subdivisée en différents domaines miniers tels que :

- Bled El Hadba ;
- Djemi- Djema ;
- Kef Essenoun ;
- Djebel Onk Nord ;
- Oued Betita.

### 2.3.2 Etude stratigraphique de la région de Djebel Onk

Une coupe Nord-Sud de la région de Bir EL-ATER à laquelle appartient la zone d'étude (Kef Essnoun) est présentée dans la Figure 2.1, qui a été établie en se basant sur les données des sondages d'exploration effectués dans la région [26].



**Figure 2.1.** Coupe géologique NNO-SSE du gisement de phosphate de Kef Essenoun [26].

Cinq gisements sont présents dans le bassin minier de Djebel Onk (Figure 2.2) à savoir : Bled El Hadba, Djemi- Djema, Kef Essenoun, Djebel Onk Nord, et Oued Betita [26].



### **2.3.2.1 Crétacé**

Ces formations, très accidentées d'un point de vue tectonique, sont les plus anciennes au sein de l'anticlinal du Djebel Onk, où seuls les dépôts du Maestrichtien sont visibles.

#### **a. Maestrichtien**

Les sédiments de cet âge sont constitués de calcaires blancs massifs avec des intercalations marneuses, situés au cœur de l'anticlinal de Djebel Onk. Le sommet présente une surface ferrugineuse et tarudée.

### **2.3.2.2 Paléocène**

On le retrouve sous la forme de sédiments marins assez épais (350 mètres).

#### **a. Danien**

Le Danien se compose de deux niveaux lithologiques : le bas et le haut :

- Le Danien inférieur présente des argiles marneuses et schisteuses d'un gris foncé à un brun vert, avec des marnes dures et irrégulières entre elles. Les filons de gypse traversent l'ensemble. Le Danien inférieur a une épaisseur de 30 à 40 mètres.

- Le Danien supérieur est composé de calcaires blancs durs, fréquemment coupés en conchoïdales, entrecoupés de marnes, argileuses et schisteuses. Une épaisseur variant d'une dizaine de centimètres jusqu'à un mètre.

#### **b. Montien**

Celui-ci se distingue par des calcaires détritiques à lumachelles avec des marnes et de la dolomie, ainsi qu'une faiblesse de silex. Il renferme plusieurs niveaux d'huîtres de diverses teintes. La moyenne d'épaisseur est de 100 mètres.

#### **c. Thanétien**

Il s'agit du principal horizon de minéralisation phosphatée

#### **- Thanétien inférieur**

Les marnes schisteuses gris foncé à noir sont présentes dans le Thanétien inférieur. On retrouve dans la partie inférieure des conglomérats et des lits phosphatés minces, ainsi que deux niveaux de marnes à faune. Au sommet, des intercalations phosphatées s'élèvent jusqu'à 2 mètres, surmontées de calcaires et de marnes à gros grains. L'étendue varie de 30 à 40 mètres.

#### **- Thanétien supérieur**

Il s'agit de la zone du gisement exploitable de Djebel Onk. Il commence par un niveau de dolomie à gastéropode, avec une épaisseur moyenne de 30 mètres de la strate phosphatée.

### **2.3.2.3 Eocène**

#### **a. Yprésien**

On peut observer qu'il repose directement sur les dépôts du Thanétien et a une épaisseur de 32 mètres.

- **Yprésien inférieur**

Il est présent dans les dolomies et les calcaires dolomitiques. Les intercalations de phosphates très dolomitiques sont abondantes, avec de nombreux débris de silex noirs.

- **Yprésien supérieur**

Il s'agit d'une combinaison de calcaires, de calcaires dolomitiques et de marnes.

**b. Lutétien**

Les formations de cet étage sont conformes aux séries yprésiennes. Elles sont situées dans la zone de Djebel-Onk (270m d'épaisseur).

**2.3.2.4 Miocène**

Celui-ci est composé de roches terrigènes, de conglomérats, d'argiles, de sables et de schistes. On peut identifier trois formations lithologiques :

- **Miocène inférieur**

Il s'agit principalement de conglomérats, de sables avec des lits minces d'argile siliceuse. La teinte est claire, d'un gris pâle.

- **Miocène moyen**

Il est principalement d'une argile brunâtre, parfois schisteux, avec des sables à particules fines et moyennes.

- **Miocène supérieur**

Il s'agit d'une combinaison sablo-argilo-conglomératique. Il a une puissance de 350 m.

**2.3.2.5 Quaternaire**

Les formations quaternaires sont présentes sur de vastes zones de la région. Les éboulis de pente, les dépôts sableux, les graviers, les dépôts éoliens, alluviaux et fluviaux sont les plus fréquents [27].

La colonne stratigraphique de la région de Djebel Onk est présentée dans la figure 2.3.

QUATERNAIRE			Eboulis et formations alluvionnaires sableuses
MIOCENE	SUP (350m)		Sables, grès à grains grossiers
	MOY (250m)		Argiles, schistes argileux de couleur marron, bronze avec intercalation de sables blancs
	INF (100m)		Sables fins blancs avec des couches de grès et argiles
LUTETIEN	SUP (100m)		Gypses avec interlits de marnes (évaporites)
	INF (40m)		Calcaires et dolomies avec géodes de quartz
YPRESIEN (70m)	SUP		Calcaires et dolomies avec silex
	INF		Calcaires avec lentilles de silex et calcaire phosphaté
THANETIEN (80m)	SUP		Phosphates pseudoolithiques, coprolithiques, gris et noirs
	INF		Marnes sombres schistifiées
MONTIEN (100m)	SUP		Minéralisation en Baryto-Céladonite
	INF		Calcaires avec bancs à Ostrea
DANIEN	SUP (80m)		Alternance de calcaires et de marnes claires
	INF (35m)		Argiles noires avec fibre de gypse
MAESTRICHTIEN SUPERIEUR (200 m)			Calcaires, calcaires noduleux de couleur blanche

Figure 2.3. Colonne stratigraphique de la région de Djebel Onk [10].

### 2.3.3 Structure et tectonique

Selon la Figure 2.4, le massif de Djebel Onk présente une configuration asymétrique en genou. Situé dans la zone de confrontation entre le domaine atlasique actif et la plateforme saharienne stable, sa structure et sa morphologie découlent d'une cinématique de décrochement et de chevauchement dextre, dont l'activation a commencé au moins au Turonien et s'est prolongée jusqu'au paroxysme post-pliocène [26].

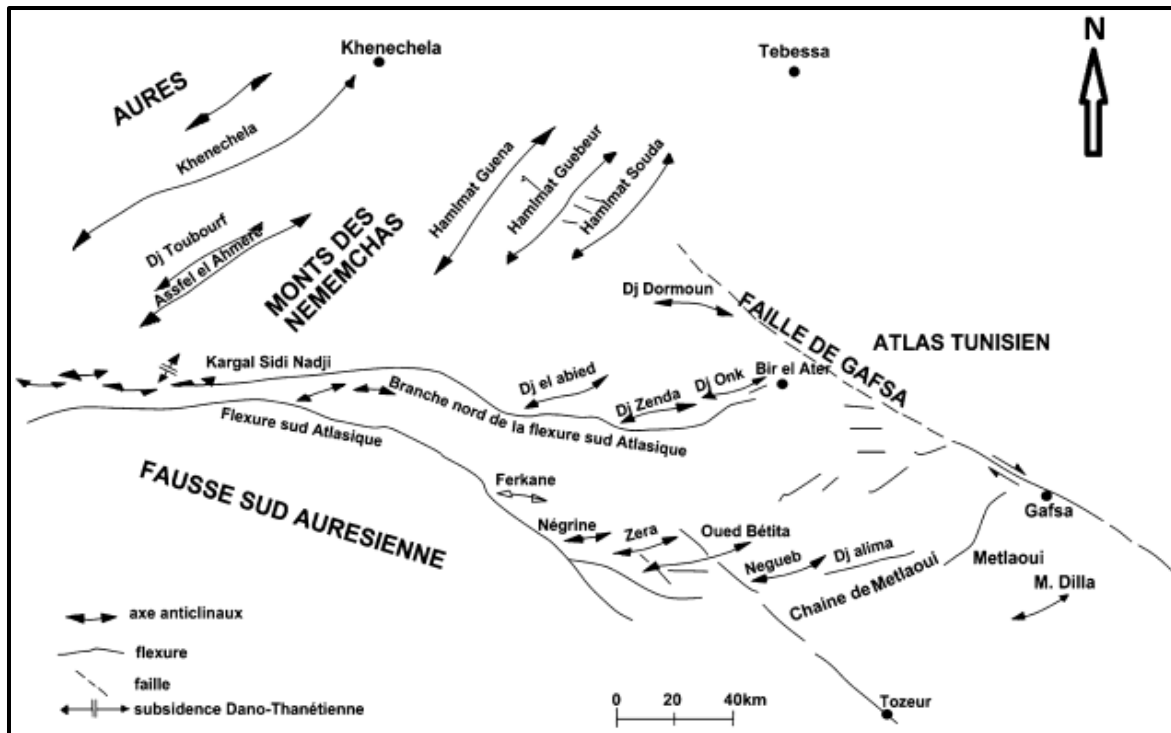


Figure 2.4. Carte structurale de la région du Djebel Onk à l'intérieur du bassin de Gafsa-Métlaoui-Onk [26].

### 2.3.4 Hydrologie et hydrogéologie

Il existe plusieurs aquifères potentiels dans la région de Bir El-Ater, liés aux différents types lithologiques et étroitement lié au climat et aux propriétés structurales qui les distinguent, comme les nappes de Chéria, Elma Labiod, Dokkara, Oglat Ahmed, Darmoun et le complexe terminal de Négrine [26].

## 2.4 Etude géologique du gisement de Kef Essenoun

### 2.4.1 Géologie locale

Le gisement de Kef Essnoun se trouve sur le versant sud de l'anticlinal crétacé de Djebel Onk, à 7km au sud-est de Bir el Ater, au sud de la willaya de Tébessa, dans le nord-est de l'Algérie. Le terrain d'étude s'étend sur environ 250 hectares. Depuis 40 ans, ce gisement est exploité, avec 20 à 30% en  $P_2O_5$  d'environ et de 2 -3,1 % en MgO.

Il contient environ la moitié des réserves de phosphate en Algérie (estimés à 2 milliards de tonnes). Environ  $5 \cdot 10^6$  tonnes sont produites chaque année dans le gisement à ciel ouvert de Kef Essnoun. À l'heure actuelle de l'exploitation, ces réserves ont près de deux siècles d'âge[28].

### **2.4.2 Tectonique de gisement de Kef Essennoun**

Une étude de l'EREM a révélé que la géologie du gisement de Kef Essennoun est relativement simple. Les couches de phosphate qui plongent vers le sud atteignent une profondeur de 30 mètres et parfois plus.

Située dans la continuité de la retombée sud de la flexure antiforme de Djebel Onk, cette mine est principalement formée par la tectonique post-miocène. Elle est simple, composée d'une table monoclinale à pendage régulier, avec un angle de 5 à 10° vers le Sud.

Au sud de la table, on observe une zone de rupture de pente où le pendage des couches atteint 20°. Une série de trois failles importantes de direction NNO-SSE traverse la couche phosphatée, mais elles ne provoquent pas de déformations importantes. D'autre part, dans les montagnes de Kef Essennoun, la tectonique flexible et fragile a entraîné une modification brusque du pendage de la couche phosphatée visible, avec un angle de pendage subvertical ou fortement incliné vers le sud-est ou le sud-ouest.

Les formations paléocènes (Danien-Montien et Thanétien) et éocènes inférieurs (Yprésien) constituent la zone de flexure faillée du flanc opposé de l'anticlinal de Djebel Onk. Au Nord-Est des dressants, la série est renversée et la couche de phosphate s'écoule à un angle de 30° à 60° vers le Nord-Ouest. Par contre, dans le centre des reliefs, la couche de phosphate a une série normale et s'oriente vers le sud [10].

### **2.4.3 Description des faciès**

À Kef Essennoun, l'horizon de la minéralisation phosphatée, le Thanétien, est extrêmement développé. Le Thanétien inférieur et le Thanétien supérieur sont les deux niveaux qui le composent.

#### **• Thanétien inférieur**

Il se présente sous la forme d'un ensemble marneux avec des intercalations de calcaire irrégulières. Il se divise en petits morceaux de marne d'un gris foncé. Un niveau conglomératique à gastéropodes avec des passées phosphatées est présent dans la partie inférieure. Dans la partie supérieure, les phosphates sont comblés par des calcaires lumachelliques à gastéropodes.

#### **• Thanétien supérieur**

On le retrouve sous la forme d'une couche de phosphate gris, gris foncé ou brun. Les montagnes de Kef Essennoun présentent des formes allongées N75°E,

La superposition de trois sous-couches forme le faisceau phosphaté du Thanétien supérieur du gisement de Kef Essennoun, (Figure 2.5) [25].

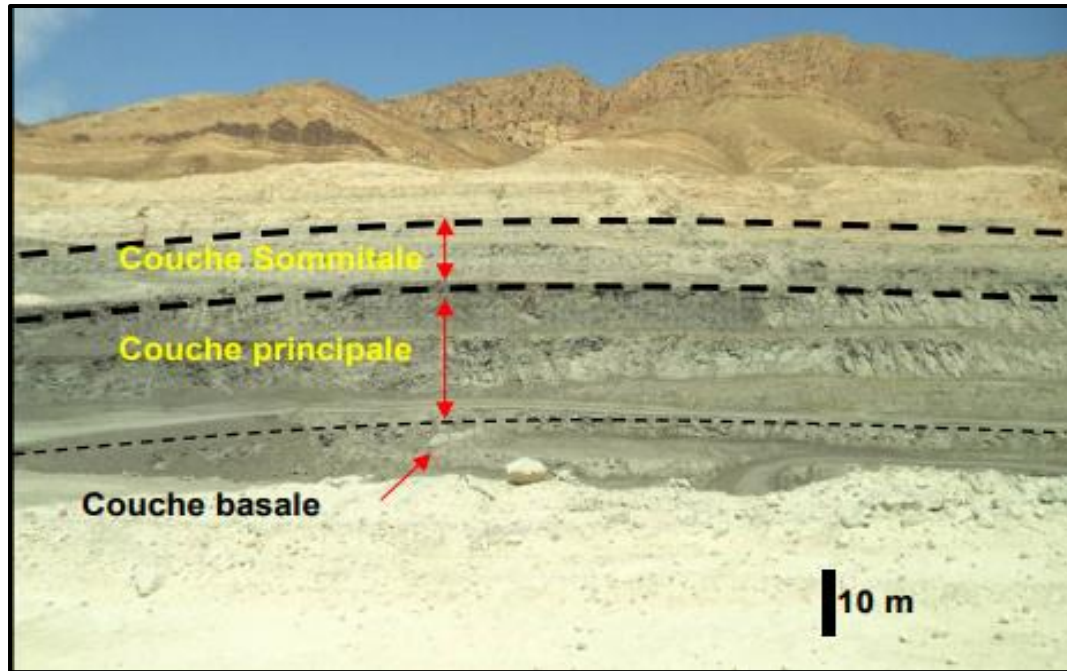


Figure 2.5. Gisement de Kef Essennoun (Tébessa Sud) [25].

- **Sous-couche basale**

Cette sous-couche se compose de deux niveaux minces de minerais phosphatés qui se rencontrent entre les marnes. Un banc de dolomie grise indique le passage à la couche principale, avec 13 à 15% en  $P_2O_5$  et de 8 à 10% en MgO.

- **Sous-couche principale**

Elle est de 25 à 30 mètres d'épaisseur, constituée de minerais de phosphates avec de faibles intercalations entre les niveaux marno-calcaires et dolomitiques. Elle se caractérise par une teneur élevée en  $P_2O_5$  capable de dépasser 30% et une faible concentration en MgO (<5%). Elle représente la partie exploitable à l'heure actuelle dans l'ensemble des gisements de Djebel Onk.

- **Sous-couche sommitale**

Cette couche de dolomie phosphatée est d'une épaisseur allant de 1 à 10m (en moyenne, 3m). Elle se caractérise par une faible teneur en  $P_2O_5$  (< 18%) et des teneurs élevées de MgO (6 à 11%). Les teneurs en  $SiO_2$  peuvent atteindre 6%. Cette sous-couche est composée de phosphates très solides et bien cimentés, d'un gris noir, de granulométrie variable et de grains généralement coprolithiques. Cette sous-couche est surmontée de niveaux silicifiés [25].

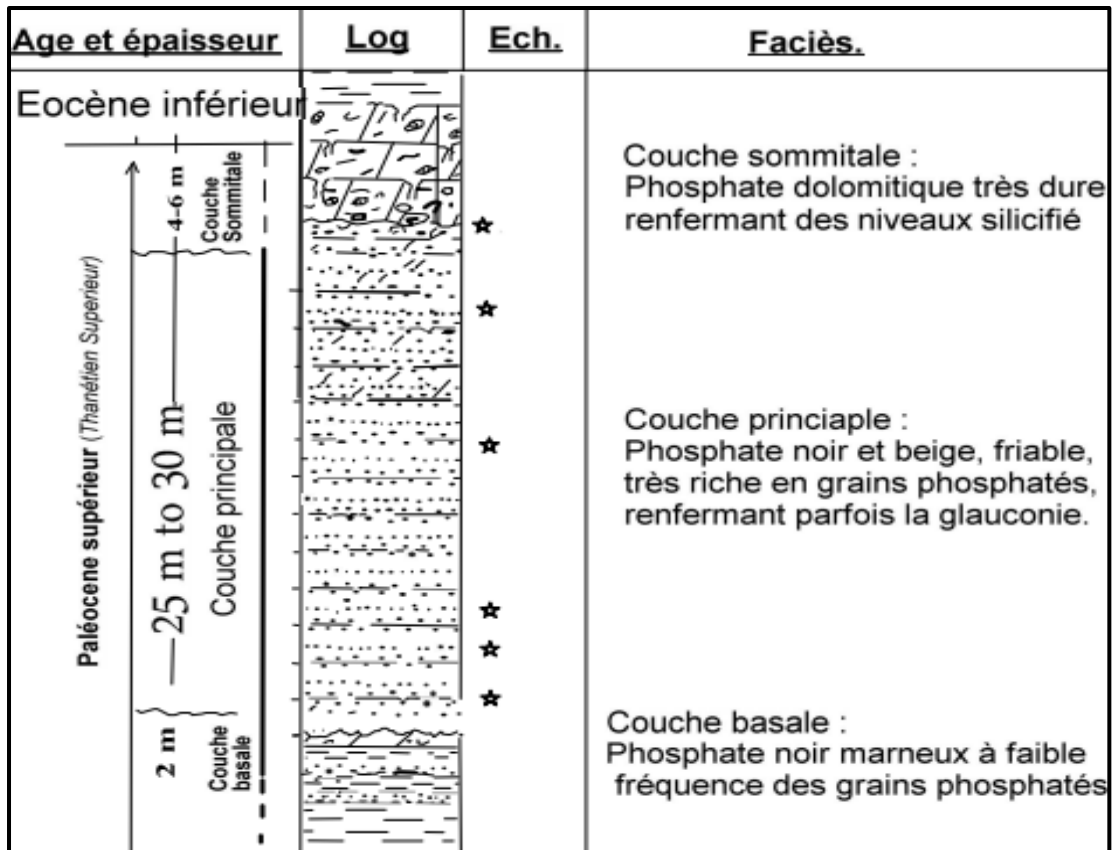


Figure 2.6. Log lithologique du gisement de Kef Essennoun (Tébessa Sud) [25].

#### 2.4.4 Caractéristiques des minerais dans les différents faciès lithologiques

Selon le type d'exogangue les minerais identifiés sont :

- **Minerai argilo-carbonaté**

Il s'agit du minerai le plus prédominant, à exogangue mixte contenant des grains de glauconie. Sa part est de 42,9 % des ressources totales. Avec des teneurs de 26.84%  $P_2O_5$  et de 2.30% MgO.

- **Minerai carbonaté**

Il représente 24,8% des ressources de l'ensemble du gisement. L'exogangue en calcite et de dolomite. Teneur en  $P_2O_5$  et MgO élevés.

- **Minerai argilo-siliceux**

Les minéraux argileux représentent l'exogangue, ainsi que l'hydroxyde de fer et le silicate d'aluminium. Il contient du :  $P_2O_5$  (27,81%) et de MgO (1,88%). Il s'agit d'un minerai coprolithique noir abondant en matière organique.

- **Minerai dolomitique**

Avec une exogangue dolomitique. Il est minerai pauvre en  $P_2O_5$  et riche en matières organiques [10].

Les sédiments de Kef Essennoun sont constitués de trois éléments fondamentaux, à savoir :

- **Coprolithes**

Ils peuvent avoir des granulométries supérieures à  $400\mu m$ . En général, elles sont de forme cylindrique ou ellipsoïdale et présentent des couleurs beiges, blanchâtres et brunâtres.



**Figure 2.7.** Grains des coprolithes [29].

- **Pellets**

De couleur brune et blanchâtre, une forme est légèrement arrondie et une granulométrie varie de  $50$  à  $150\mu m$ .



**Figure 2.8.** Grains des pellets [29].

- **Dents de poissons**

Il s'agit de particules squelettiques d'un brun et d'un beige. Leurs dimensions peuvent excéder  $1cm$ . Les dents se composent de deux parties distinctes (l'email et la dentine).



**Figure 2.9.** Dents de poissons : Dentine (partie interne : étoiles remplies), Email (partie externe : étoiles vides) [30].

## 2.5 Processus de valorisation utilisée pour le gisement de Kef Essenoun

La mine à ciel ouvert de Kef Essenoun est constituée de deux types des phosphates (beige et noir). la méthode d'exploitation de ce gisement avec un seul bord exploitable s'effectué en faisant des travaux de forage par des sondeuses suivi par le tir en utilisant des explosifs. Une fois le massif rocheuse est abattu il est chargé et transporté vers l'usine de traitement.

L'unité de valorisation des phosphates de Djebel Onk traite le produit de la carrière soit par voie sèche (dépoussiérage) soit par voie humide (débouillage). Il est indispensable de préparer mécaniquement le minerai préalablement pour réduire la taille des grains et éliminer les particules fines et grossières où se répartissent naturellement les matières indésirables (carbonates, silices, argiles, etc...).

### 2.5.1 Fragmentation

#### a. Concassage

Dont le but est la réduction de taille des roches exploitées d'une taille d'un mètre jusqu'à une grosseur inférieure à 200mm et 80mm, respectivement pour les deux concasseurs suivants :

- Concasseur à cône giratoire ;
- Concasseur à percussion.

#### b. Broyage

La réduction des morceaux concassés à une dimension inférieure à 20mm est effectuée à l'aide des broyeurs suivants :

- 3 broyeurs à marteaux articulés (capacité de 300t/h) ;
- Broyeur à marteaux.

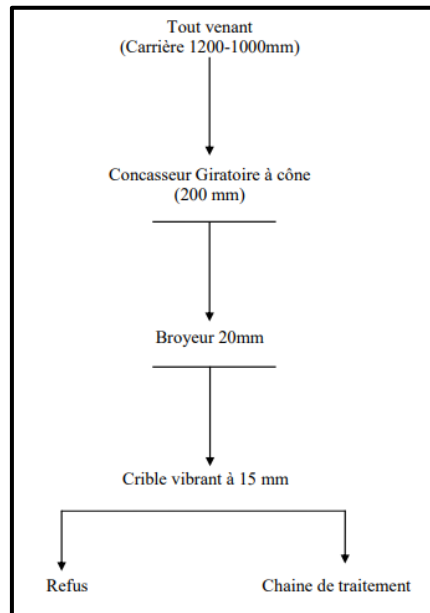
### c. Criblage

La dernière étape de la préparation mécanique implique le classement du minerai en fonction de ses dimensions sur une surface tamisée avec une maille de 15mm de large. Elle est réalisée en utilisant les cribles suivants :

- Trois cribles vibrants «WEDAG» inclinés avec une capacité de 300 tonnes par heure ;
- Un crible «HAZEMAG» avec une capacité de 600 tonnes par heure.

La taille de minerai criblé inférieure à 15mm alimente les deux voies de traitement : Sèche et humide.

La figure suivante illustre le schéma de préparation mécanique au niveau du complexe minier de Djebel Onk.



**Figure 2.10.** Schéma technologique de la préparation mécanique employée dans le complexe minier Djebel Onk [31].

## 2.5.2 Méthode d'enrichissement

### 2.5.2.1 Traitement par voie sèche

Le traitement du minerai par voie sèche, appelé dépoussiérage, repose sur les caractéristiques physico-chimiques des particules. Il implique l'élimination des particules siliceuses à sec en se référant aux propriétés physiques du minerai et du stérile, à la différence de densité et à leur résistance mécanique aux forces exercées sur la masse pendant le processus de traitement.

Le produit broyé et criblé est présent dans la trémie, avec une humidité variant de 3 à 7% et une teneur moyenne de 56% TPL.

Le traitement par dépeussierage permet de réduire l'humidité du produit jusqu'à 1%, avec une teneur en TPL allant de 66 à 68%.

Le procédé de dépeussierage se déroule en cinq étapes :

- Le minerai criblé est séché dans un lit fluidisé.
- Criblage préalable à 2mm ;
- Broyage à percussion ;
- Section pneumatique ;
- Post criblage à la maille de 100µm.

#### **a. Séchage du minerai criblé en lit fluidisé**

L'opération de séchage est effectuée dans un four à lits fluidisé. La température maximale de combustion est de 1200°C. Une fois le produit est préparé, il est placé dans une trémie de stockage de 400 tonnes, puis alimenté par un distributeur dans les deux fours identiques, qui sont composés d'une chambre cylindrique briquetée avec une chambre de combustion qui génère de la flamme. L'air chaud est introduit dans le four par l'air de combustion et l'air de dilution. Le toit du four est connecté à un exhausteur qui aspire les gaz et les particules fines vers l'air.

De la chambre de combustion, les particules les plus fines sont transportées par les gaz chauds vers un ensemble de cyclones primaires et secondaires, ensuite vers la trémie de stérile ; tandis que les plus grosses sont déchaînées à la sousverse du lit par une vanne à glissière automatique.

Le produit séché est transporté à l'aide d'un convoyeur à bandes vers le crible à une épaisseur de 2mm. La chaîne métallique transporte les fines récupérées par le second cyclone vers la trémie de stérile.

Il est possible de modifier le niveau du lit de séchage dans des proportions très appréciables grâce à ce dispositif, ce qui permet de modifier le temps de séjour du produit dans le flux d'air chaud.

#### **b. Criblage à 2mm**

Le processus est effectué en utilisant deux cribles vibrants dont l'inclinaison est de 45° entrent dans la séparation pour éliminer les stériles supérieurs à 2mm qui seront ensuite stockés dans la trémie.

#### **c. Broyage (attrition)**

L'attrition est le procédé par lequel les particules fines qui se fixent aux grosses sont séparées en les frictionnant les unes contre les autres.

L'objectif principal du broyage par attrition est de permettre la libération des grains riches en TPL et de réduire leurs granulométries, pour être ensuite récupérés par aspiration.

#### d. Sélection pneumatique

En utilisant une méthode granulométrique pour éliminer les fines à bas titre en TPL, les fines sont entraînées par un courant d'air ascendant, tandis que les grosses particules tombent sous l'effet de leurs poids.

Les particules ayant une taille inférieure à  $100\mu\text{m}$  sont récupérées par des filtres à manches pour être filtrées et évacuées dans une trémie en utilisant des aéroglisteurs.

#### e. Criblage à 1mm

Il rend plus facile l'élimination de stériles de plus de 1mm. La taille de la tranche de minerai riche en phosphates a été observée dans différentes expériences et analyses granulométriques, allant de 0,1 à 1mm [31].

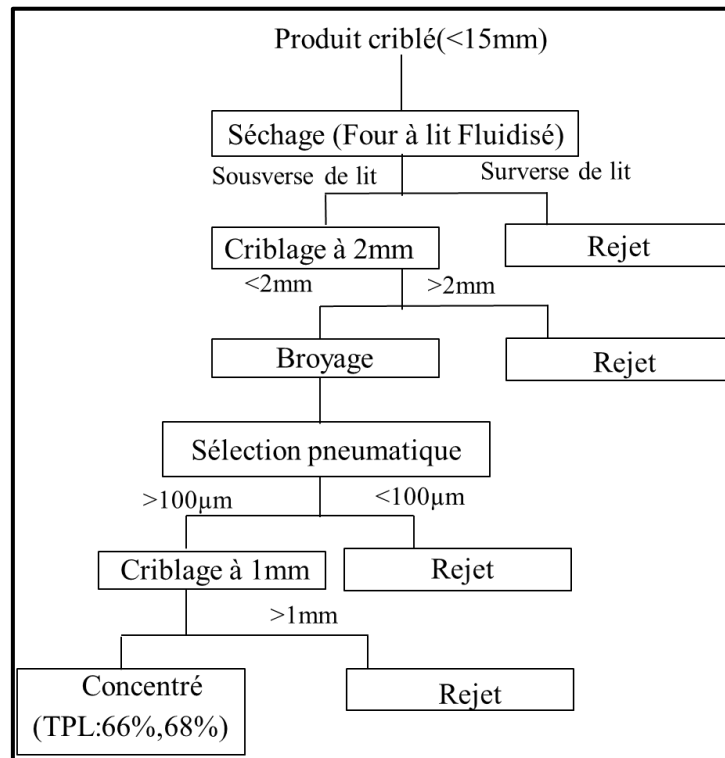


Figure 2.11. Schéma technologique de Traitement par voie sèche [27].

#### 2.5.2.2 Traitement par voie humide (Débourbage)

Le traitement humide permet d'obtenir un produit final contenant entre 63% et 65% de TPL (phosphate tricalcique on lime).

Il vise à éliminer les particules siliceuses susceptibles de nuire la qualité du minerai prétraité.

Une fois le minerai a été criblé, il est met en pulpe au niveau du malaxeur, puis passe sur les grilles courbes. Le produit dont la taille dépasse 1mm est désigné comme refus de grille courbe.

Il y a quatre grilles disposées en cascade pour l'opération de débourbage, dont les trois premières sont utilisées pour enrichir le produit. L'alimentation en eau se fait à un débit réduit en raison des frictions qui surviennent pendant l'opération.

Les refus des trois premières grilles, passe par une goulotte pour la grille de contrôle, ensuite les rejets de la grille de contrôle sont envoyés par convoyage vers l'extérieur ; tandis que les passants sont soumis à une séparation hydraulique au niveau des hydrocyclones, afin de retirer les particules fines, c'est-à-dire la matière siliceuse. Dans ces hydrocyclones, les particules de taille inférieure à 80µm sont éliminées.

Le fonctionnement des hydrocyclones repose sur la force centrifuge générée par l'alimentation tangentielle sous pression du produit. Les matières siliceuses et le phosphate se séparent grâce à la force centrifuge qui dirigé le phosphate vers la sousverse et les fines vers la surverse.

Deux filtres à bandes sont alimentés par la sousverse avec un taux d'humidité de 10 à 12%. L'échantillon filtré à une concentration varie entre 63 et 65% TPL. La gangue (la surverse) est évacuée vers l'épaississeur pour la décantation, où l'eau est recyclée et la boue est évacuée vers l'Oued [31].

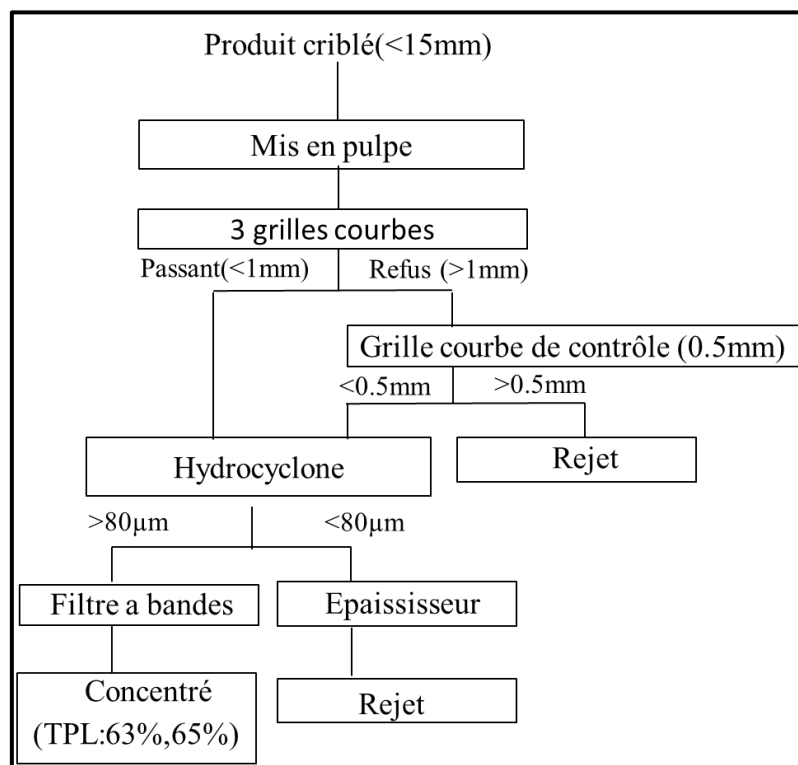


Figure 2.12. Schéma technologique de traitement par débourbage.

## **2.6 Conclusion**

Il existe deux types de phosphate dans la région de Kef Essnoun l'un est noir et l'autre est beige avec différents faciès : basale, principale et sommitale, Les pellets et les coprolithes constituent la majorité de sa composition.

Les ressources géologiques totales de ce gisement ont été évaluées à 317 millions de tonnes, avec 26,53% en  $P_2O_5$  et 2,61% en MgO. Les réserves prouvées sont estimées à 168 millions de tonnes, avec 50 millions de tonnes de réserves probables et 99 millions de tonnes de ressources possibles dans les parties les plus profondes du gisement [10].

Après l'extraction du minerai, un ensemble d'opérations de la fragmentation et d'enrichissement a été effectué pour obtenir un produit marchand. Le but de fragmentation est de préparer les minerais à l'enrichissement. Ses opérations sont : le concassage dont le rôle est de réduire la dimension du matériau en le faisant concasser ; le criblage, qui permet de séparer les grains selon leurs dimensions ; et le broyage, qui permet de libérer les grains.

L'objectif de valorisation est de séparer les concentrés et des rejets. La méthode appliquée au niveau du complexe minier de Djebel Onk est le débouillage et le dépoussiérage.

## Chapitre 3 : Méthodes de traitement et synthèse des travaux

### 3.1 Introduction

Divers procédés d'enrichissement peuvent être utilisés pour enrichir les ressources minérales. Chacune de ces méthodes est spécifiquement orientée vers un type de minerai ; cela est dû aux propriétés physico-chimique et minéralogique spécifiques du minerai.

Le traitement des phosphates sédimentaires dans le monde entier est réalisé par différentes méthodes, à savoir la séparation gravimétrique, magnétique, électrostatique, la calcination et la flottation, qui est considérée comme la meilleure de ces méthodes.

### 3.2 Méthodes gravimétriques

Elle consiste à séparer les minéraux en fonction de la différence de leurs masses volumiques lorsqu'elles sont laissées se déposer dans un milieu fluide. Un rapport également connu sous le nom de critère de Taggart, informe sur le type de séparation envisageable et est défini dans l'équation III.1 ci-dessous :

$$CT = \frac{\rho_h - \rho_f}{\rho_l - \rho_f} \dots \dots \dots (3.1)$$

Où :

- $\rho_h$  est la masse volumique du minéral lourd ;
- $\rho_l$  est la masse volumique du minéral léger ;
- $\rho_f$  est la masse volumique du fluide.

En règle générale, lorsque ce rapport dépasse 2,5, il est envisageable de séparer les particules par gravité jusqu'à 75 microns. L'efficacité de la séparation diminue avec la diminution de ce rapport, et s'il est inférieur à 1,25, le traitement est impossible par cette méthode.

Les données expérimentales sont utilisées pour établir les valeurs des rapports et des tailles de particules présentées dans le tableau 3.1 :

**Tableau 3.1.** Critère de Taggart. [32]

Critère de Taggart	Possibilité de séparation gravimétrique
>2,50	facile jusqu'à 75µm
1,75–2,50	possible jusqu'à 150µm
1,50–1,75	possible jusqu'à 1,7mm
1,25–1,50	possible jusqu'à 6,35mm
<1,25	aucune séparation n'est possible quelle que soit sa taille. Un autre fluide (plus lourd) ou un pseudo-fluide plus dense que H <sub>2</sub> O est nécessaire.

Le tableau 3.2 présente quelques valeurs de critères de Taggart pour les minéraux traités par séparation gravimétrique.

**Tableau 3.2.** Critères de Taggart des minéraux traités par méthode gravimétrique d'une gangue de masse volumique de  $2.65\text{g/cm}^3$  [32]

Minéral	Fluide	Critère de Taggart
Or	Eau	10.3
Cassitérite	Eau	3.5
Charbon	Eau	3.4
Hématite	Eau	2.5

Dans un fluide, le mouvement d'une particule est influencé non seulement par sa masse volumique, mais également par sa taille ; à cet effet l'efficacité de traitement par une méthode gravimétrique augmente avec l'augmentation de la granulométrie des grains à séparer.

Dans les processus gravitaires, il est essentiel d'avoir un contrôle strict de la granulométrie de minerai entrant à la tête d'alimentation afin de réduire l'impact de la taille et de déplacer les particules en fonction de leurs masses volumiques [32].

### 3.2.1 Méthodes en milieux denses

Les méthodes de concentration en milieux denses (Le flottant et coulant, aussi connu sous le nom de séparation par liquide lourd), sont les méthodes qui permettent de séparer des particules de gravité spécifique différentes en utilisant un fluide quelconque (appelé milieu) adéquat.

La séparation par flottant et coulant est basée sur le principe suivant : quand deux particules de gravité spécifique différentes sont introduites dans un liquide de densité intermédiaire entre celui des deux particules, le grain léger flotte et l'autre coule.

En général, cette technique de laboratoire est la plus facile et la plus fréquente pour séparer des minéraux de gravités spécifiques variés.

Des solutions de sels inorganiques comme le chlorure du calcium et le chlorure du zinc sont utilisées comme liquide lourd.

Les solutions de gravité spécifique requise sont préparées en ajoutant deux ou plusieurs liquides dans des proportions variées. Lorsqu'on ajoute le minerai dans cette solution, les minéraux de faible densité flottent tandis que celle possède une plus grande densité coulent.

Les industries minières n'utilisent plus la séparation par des liquides lourds pour les raisons suivantes :

- Certains liquides sont toxiques, d'autres sont corrosifs ;
- Les liquides organiques sont chers ;

- Ils sont absorbés par les surfaces des particules et contaminent les particules minérales ;
- La perte de liquide est importante, en raison de la volatilité ;
- Ces liquides ne peuvent pas être récupérés économiquement ;
- Il n'est pas toujours possible de se procurer les liquides lourds nécessaires.

A cet égard, Dans l'industrie, au lieu d'un liquide lourd, un pseudo- liquide est utilisé[32].

On appelle pseudo-liquide une suspension d'eau et de solides (pulpe) qui présente un comportement d'un liquide réel. Les solides utilisés se désignent sous le terme de milieux solides et doivent satisfaire aux critères suivants :

- Il est nécessaire qu'ils aient une densité adéquate ;
- Qu'ils soient physiquement résistants ;
- Qu'ils soient chimiquement inertes ;
- Qu'ils soient facilement disponibles à un prix abordable ;
- Qu'ils soient facilement récupérables ;
- Qu'ils ne pénétreront pas dans les fissures des blocs de minerai nettoyés ;
- Qu'ils soient de faible viscosité.

Cette méthode de séparation s'applique à tous les minerais. Elle est largement utilisée pour laver charbon, dont les séparateurs centrifuges sont les plus utilisés.

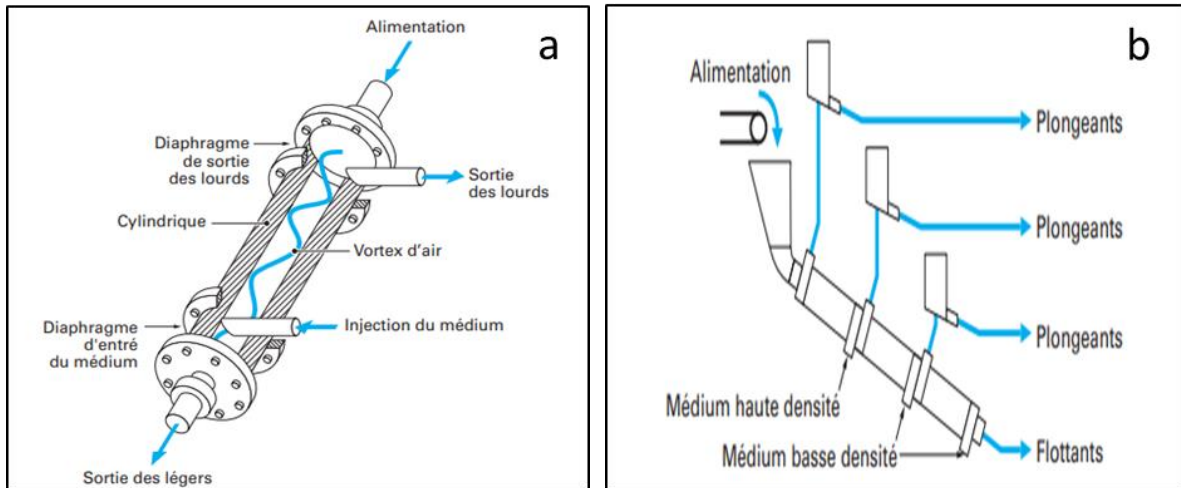
#### - **Séparateurs centrifuges**

Le cyclone DMS est un séparateur centrifuge qui fonctionne de la même manière que l'hydrocyclone traditionnel. Il offre une grande force centrifuge et une faible viscosité de l'environnement. Les séparations obtenues grâce au cyclone DMS sont beaucoup plus fines que celles de séparateurs à gravité.

Dans un milieu de ferrosilicium ou de magnétite d'une granulométrie fine, le minerai est introduit tangentiellement dans le cyclone DMS sous pression. À l'apex du cyclone, le produit coulant quitte le cyclone et le produit flottant est déchargé par le vortex.

En général, ces cyclones sont installés avec des axes à une altitude de 10-15° par rapport à l'horizontale, ce qui permet d'alimenter l'unité à une pression d'entrée relativement faible.

Il existe plusieurs types de séparateurs centrifuges tels que Vorsyl, LARCODEMS, Dyna Whirlpool et Tri-Flo [32].



**Figure 3.1.** (a) Séparateur Dyna Whirlpool ; (b) Séparateur Tri-Flo [33].

### 3.2.2 Séparation par Jig

Le Jig consiste à séparer des particules de différentes gravités spécifiques, tailles et formes en les introduisant sur une surface perforée (ou tamis) à travers laquelle l'eau est amenée à s'écouler par des coups de pulsion et succion alternés [32].

Le produit d'alimentation est soumis à une pulsation verticale régulière pendant qu'ils se déplacent dans un bac, cette pulsation peut être observée soit par le mouvement du bac, soit par le mouvement de l'eau, le bac étant fixe.

A cet égard, La séparation se fait dans un lit de particules fluidisées par les courants d'eau ascendants et descendants, permettant ainsi une stratification en fonction de la masse volumique des grains.

Le jig fait partie des techniques les plus anciennes. Mais encore aujourd'hui, certains des principes fondamentaux de son fonctionnement ne sont pas encore bien compris [33].

### 3.2.3 Concentration par nappe pelliculaire fluente

Le concept de concentration en nappe pelliculaire fluente a été défini comme suit : selon la taille, la forme et la gravité spécifique des particules minérales déplacées par un film d'eau qui coule en courbe, on peut obtenir un lit de particules stratifié sur des surfaces inclinées.

Lorsqu'on introduit dans une épaisse couche d'eau des sphères qui se composent des minéraux, lourds et légers, et de dimensions différentes, elles se séparent au cours de leurs chutes à travers cette couche. La sphère lourde la plus grande tombe sur le pont plus rapidement à travers l'eau et est la moins affectée par le courant et la plus proche du point d'entrée.

La sphère légère la plus petite dérivera vers l'aval, tandis que les autres dériveront à des distances différentes. L'eau qui coule presse la sphère et la fait descendre vers l'aval [32].

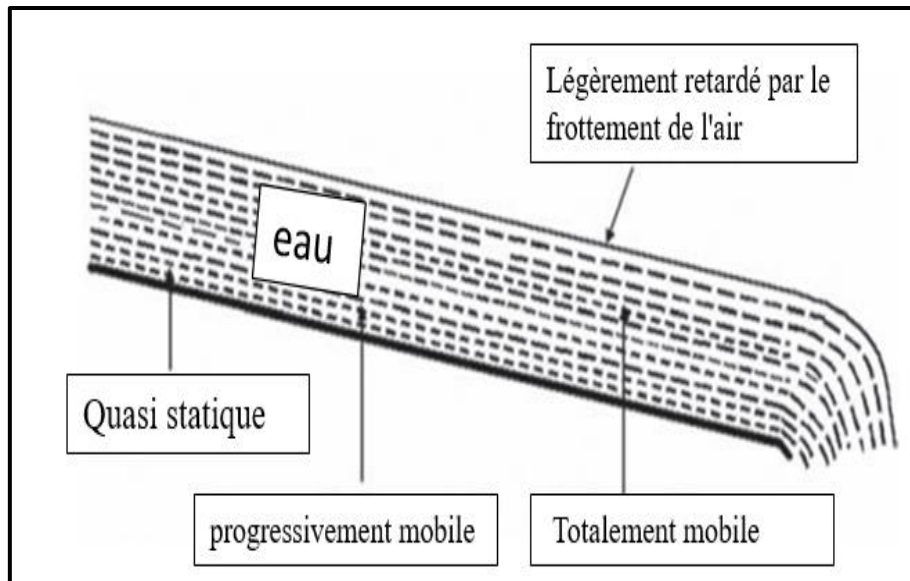


Figure 3.2. Écoulement de l'eau sur le pont incliné.

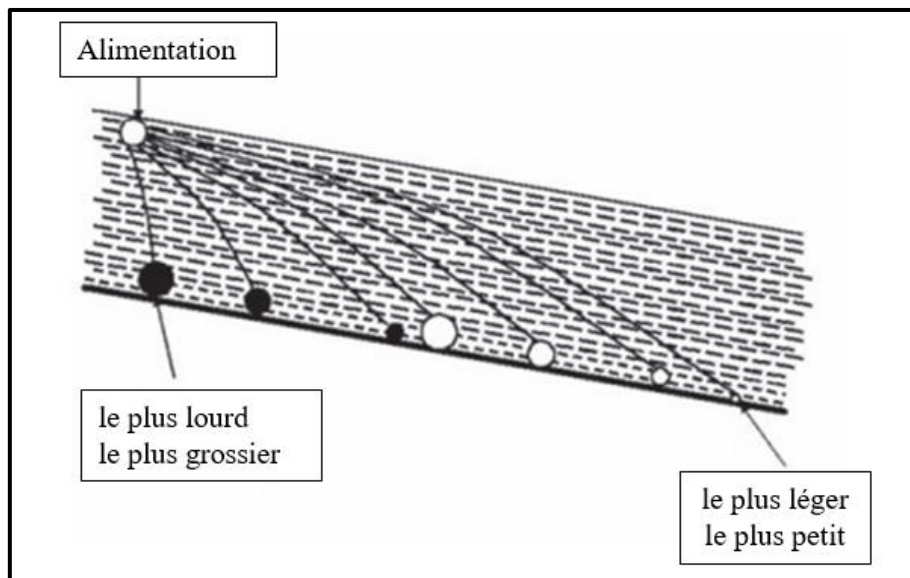
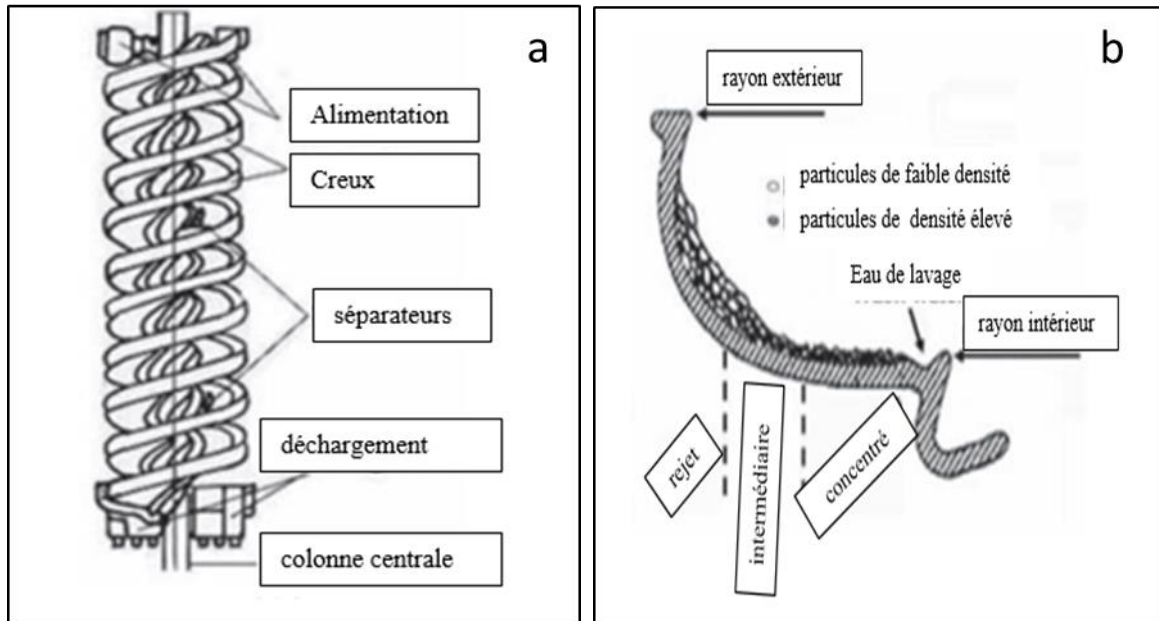


Figure 3.3. Particules dérivent dans l'eau qui coule.

Les spirales de Humphrey et la table à secousse sont parmi les appareils qui fonctionnent selon le principe de nappe pelliculaire fluente.

- **Spirale de Humphrey** : Les spirales Humphrey (Figure 3.4, a) sont une unité classique de concentrateurs de nappe pelliculaire fluente. C'est une spirale descendante formée d'un conduit hélicoïdal à section semi-circulaire.

Lorsque la pulpe s'écoule sur un canal en spirale, la force centrifuge se combine avec les forces de gravité et de friction, ce qui provoque le déplacement des particules lourdes vers le centre et les légères sont projetées loin du centre. Cet appareil est efficace pour les grains de dimension de 3mm à 75 $\mu$ m et pour les minéraux dont la différence de densité spécifique dépassent 1 [32]. La figure 3.4 (B) montre comment s'effectue la stratification.



**Figure 3.4. a.** Spirale de Humphrey ; **b.** Stratification des particules.

- **Table à secousse**

Un dispositif appelé table à secousse utilise un mouvement alternatif et des riffles croisés en plus d'une nappe pelliculaire fluente. La table à secousse la plus couramment employée est la table Wilfley (Figure III.5). Elle est constituée d'un pont légèrement incliné sur lequel l'alimentation, qui contient environ 25% de solides en poids, est introduite au niveau de la trémie d'alimentation et distribuée le long de lavezur d'alimentation. L'eau de lavage est distribuée sur toute la longueur restante de la partie supérieure du pont.

Le mouvement de secousse longitudinal de la table, qui utilise un mouvement lente en avant et un retour rapide, entraîne le déplacement des particules minérales le long du plateau en parallèle avec la direction du mouvement. Cette table présente des riffles parallèles à la longueur d'axe et effilés depuis la hauteur maximale du côté alimentation (le plus proche du mécanisme de secousse) jusqu'à ce qu'ils disparaissent près du côté opposé, dont une partie reste lisse. Dans les zones où les riffles sont élevés, il y a un mouvement de tourbillon qui favorise la stratification et l'action de jig entre les riffles.

Au moment où la charge de matériau est projetée sur la table, les particules de densité élevée se déposent dans les creux entre les riffles et sont projetées vers le côté droit de la table, puis déposées dans le coin diagonalement opposé au coin d'alimentation. La stratification de ces particules se produit lors de leurs mouvements.

L'inclinaison de la table permet d'entraîner les particules légères qui restent en suspension à travers la table par l'eau. Les particules de densité intermédiaires se situent entre les particules légères et les particules lourdes [32].

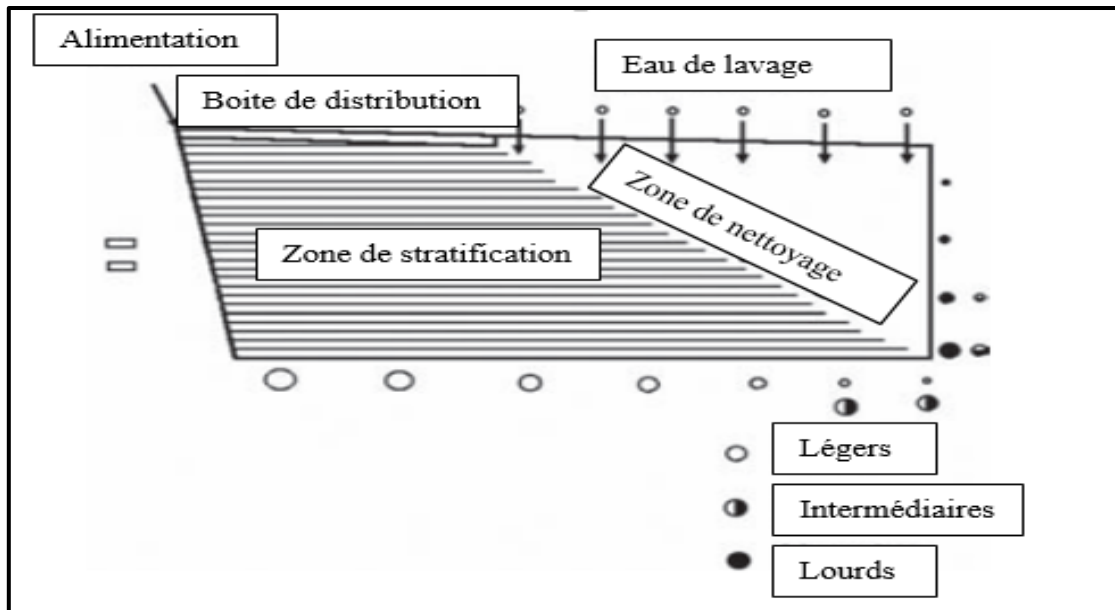


Figure 3.5. Table à secousse [32].

Les tables à secousses sont couramment employées pour la récupération des minéraux lourds, l'enrichissement de la chromite, et autres. En général, ces dispositifs sont utilisés pour des minerais de dimensions entre 3mm et 100 $\mu$ m [32].

### 3.3 Séparation magnétique

Cette méthode physique permet de séparer les minéraux selon la différence de leurs susceptibilités magnétiques, qui est la propriété d'un matériau qui influence sa réaction face à un champ magnétique.

#### 3.3.1 Magnétisme

Les molécules de toutes les substances sont, selon la théorie du magnétisme de Weber, des aimants en eux-mêmes, avec un pôle nord et un pôle sud. Dans un aimant, ces aimants moléculaires sont disposés de manière à ce que les pôles nord des aimants moléculaires soient situés à une extrémité et les pôles sud à l'autre. Ainsi, deux pôles définis N et S se forment aux extrémités.

Le champ magnétique (ou force) d'un aimant correspond à l'espace à travers lequel son influence s'étend.

L'intensité du champ magnétique, également connue sous le nom de force magnétisante (H), en un point quelconque du champ magnétique, correspond à la force subie par un pôle N d'un Weber situé à ce point. Des lignes de force sont créées par cette force magnétisante à travers un matériau. L'unité de H est l'Ampère/mètre.

Le flux magnétique est défini comme le nombre total des lignes de force magnétiques dans un champ magnétique.

En tout point, la densité de flux magnétique ( $B$ ) correspond au flux magnétique qui traverse cette unité de surface. Quand on place une barre de fer dans un champ magnétique d'intensité  $H$ , elle est magnétisée par induction magnétique.

La densité de flux magnétique correspond à la force magnétique présente dans un point à l'intérieur d'un matériau magnétique. Elle est le résultat du champ magnétique extérieur et de la force due aux pôles induits aux extrémités de la tige.

La susceptibilité magnétique d'un matériau correspond à la capacité d'une substance magnétique à être magnétisée avec une grande facilité. Le rapport entre l'intensité de la magnétisation produite dans le matériau et l'intensité du champ qui génère la magnétisation est connu sous le nom de susceptibilité magnétique  $S$ .

### 3.3.2 Électro-magnétisme

Un courant électrique peut générer un champ magnétique ; ce dernier se forme sur toute la longueur du conducteur lorsque le courant électrique ( $I$ ) traverse ce conducteur. Ainsi, le plan des lignes de force magnétique est perpendiculaire au courant, ce qui les rend circulaires.

Le champ magnétique près du conducteur est plus intense et diminue avec l'augmentation de la distance par rapport au conducteur. Ce champ magnétique augmente avec l'augmentation du courant et inversement. Si le courant est inversé, la direction du champ est inversée.

### 3.3.3 Classement des minéraux selon leurs susceptibilités magnétiques

Les minéraux sont divisés en trois grands groupes en fonction de leurs susceptibilités magnétiques : les minéraux ferromagnétiques, paramagnétiques et diamagnétiques.

#### - Minéraux ferromagnétiques

Les minéraux ferromagnétiques ont une très grande susceptibilité aux forces magnétiques et lorsqu'ils sont éloignés du champ magnétique, ils conservent un certain magnétisme. Les séparateurs magnétiques d'une faible intensité peuvent concentrer ce type de minéraux. La magnétite ( $Fe_3O_4$ ) est le principal minéral ferromagnétique séparé.

#### - Minéraux paramagnétiques

Le champ magnétique attire très peu ce type de minéraux, ils sont traités par des séparateurs de haute intensité. Parmi ces minéraux on a : Le wolframite ( $(Fe, Mn) WO_4$ ), l'hématite ( $Fe_2O_3$ ), la sidérite ( $FeCO_3$ ).

#### - Minéraux diamagnétiques

Les minéraux diamagnétiques sont repoussés sur le long des lignes de force magnétique jusqu'à un niveau d'intensité du champ plus faible. Les forces présentes ici sont très faibles. Ils ne sont pas capables d'être concentrés magnétiquement. Parmi les exemples, on retrouve le quartz ( $SiO_2$ ) et le feldspath ( $KAlSi_3O_8$  ou  $NaAlSi_3O_8$ ) [32].

### 3.4 Séparation électrique

Les particules minérales sont séparées physiquement par séparation électrique, qui repose sur la différence des caractéristiques électriques des particules. La séparation électrique consiste à : Séparation électrostatique ; électrodynamique ; diélectrique.

La séparation électrostatique et électrodynamique se base sur la différence de conductivité électrique entre les minéraux à séparer, tandis que la séparation diélectrique se base sur les différences de constante diélectrique. La conductivité des minéraux diffère considérablement d'un minéral à l'autre.

Les métaux natifs tels que : Au, Ag, Cu, etc., et de nombreux sulfures métalliques tels que la Chalcopyrite, la Galène, la Molybdénite, etc., ainsi que certains autres minéraux tels que le Graphite, le Grenat, la Chalcocite, etc., sont de bons conducteurs d'électricité.

#### 3.4.1 Charges et interactions de charges

L'atome se compose d'un noyau entouré par des électrons de charges négatives ; ce noyau est composé d'un proton et d'un neutron. Le proton possède une charge positive, tandis que la charge du neutron est nulle et il est neutre. La charge sur un proton unique est égale à la charge sur un électron unique. A cet effet un atome électriquement neutre est un atome dont le nombre de protons est égal aux nombre d'électrons.

La charge positive est attribuée à toute particule, qu'elle que soit un atome, une molécule ou un ion, qui renferme moins d'électrons que de protons. D'un autre côté, toute particule qui renferme plus d'électrons que de protons est chargée négativement. On peut dire que l'électrification positive d'un élément résulte d'une déficience d'électrons tandis que l'électrification négative d'un corps résulte d'un excès en électrons. [32]

La figure 3.6 montre la classification des matériaux selon leurs capacités de conductivité.

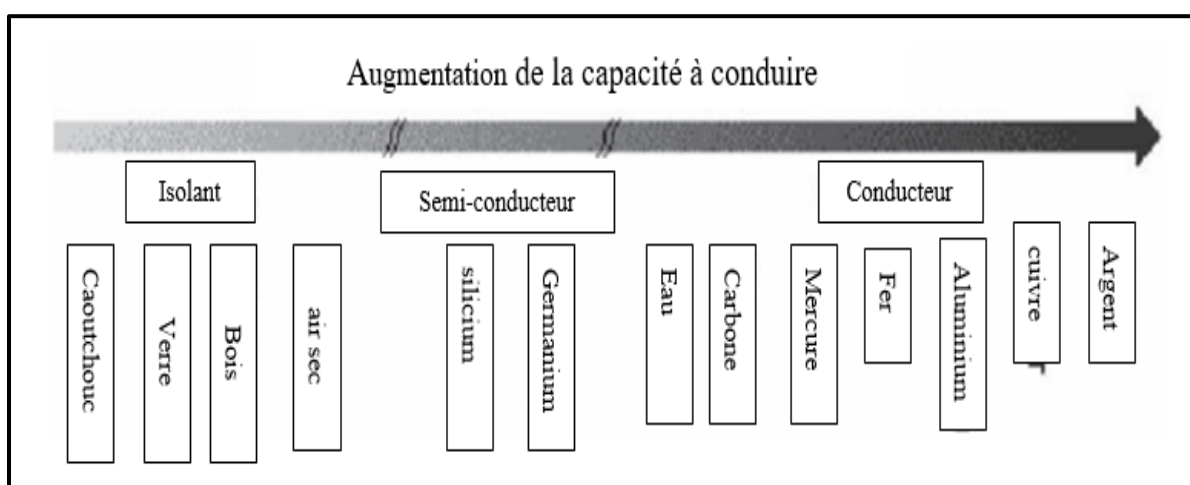


Figure 3.6. Classification des matériaux selon leurs capacités de conduire. [32]

### 3.4.2 Séparation électrostatique

En cas de présence de minéraux/particules conducteurs et non conducteurs dans un minerai, il est possible d'utiliser une séparation électrostatique. En théorie, l'un des deux minéraux n'est pas obligatoirement un bon conducteur et l'autre un mauvais conducteur, mais la différence de conductivité a une influence sur la séparation.

Le processus de séparation électrostatique est basé sur l'interaction entre un champ électrique externe et les charges électriques acquises par les particules.

Les particules ont la capacité d'être chargées par :

- Contact avec d'autres particules ;
- Induction conductrice ;
- Bombardements ioniques.

Dans chaque séparation, deux ou plusieurs mécanismes de charge se produisent.

- Lorsque les particules sont chargées par contact avec des particules différentes, les particules placées sur la surface sont amenées à entrer en contact répété les unes avec les autres ainsi qu'avec la surface. La surface accueille des électrons provenant d'un type de particule et transmet des électrons à un autre ; ce qui signifie que les deux types de particules seront chargés de charges opposées.

Dans un séparateur électrostatique composé de deux plaques conductrices sur lesquelles une tension élevée est appliquée, La plaque négative attire les grains de charge positive, tandis que la plaque positive attire les particules de charge opposée [32].

- Dans le cas d'une charge par induction conductrice, les particules sont mises sur un conducteur de masse en présence d'un champ électrique. Par la suite, une charge de surface sera rapidement développée par induction par les particules.

- En charge par bombardement ionique, la décharge corona est une décharge électrique survenant lorsque l'une des deux surfaces conductrices de tensions différentes a une forme pointue.

À l'extrémité de l'électrode de forme pointue, un champ électrique très concentré ionise l'air (ou tout autre gaz) qui l'entoure. Les particules sont chargées par bombardement par ces ions lorsqu'elles sont conduites à l'intérieur de la couronne. La décharge corona optimale est obtenue en utilisant un fil fin parallèle au cylindre pour la décharge d'une surface cylindrique de grand diamètre.

On désigne l'effet de levage comme l'attraction de particules portant un type de charge (positive ou négative) vers une électrode de charge opposée, car les particules sont soulevées vers cette électrode chargée.

L'utilisation d'un effet de levage permet de séparer les particules minérales qui ont tendance à se charger avec une polarité définie, même si leurs conductivités peuvent être très similaires.

À titre d'exemple, le quartz peut être aisément chargé négativement et peut être isolé des autres non-conducteurs en utilisant une électrode de charge positive.

L'autre facteur qui améliore l'efficacité de la séparation électrostatique est l'effet de fixation. Dans cette situation, les particules minérales non conductrices qui ont reçu une charge de surface de l'électrode conservent cette charge et sont fixées à la surface mise à la terre en raison de l'attraction entre la particule non conductrice chargée et la surface mise à la terre [32].

### **3.5 Calcination**

La méthode d'enrichissement par calcination est l'une des méthodes les plus répandues. On peut l'utiliser afin de traiter les minerais de phosphate sédimentaires carbonatés[34]. Avec une température élevée, les carbonates sont décomposés thermiquement [35].

Les concentrés phosphatés obtenus à partir de cette méthode représente plus de 10 % des ventes mondiales de phosphate.[36] Toutefois, elle comporte divers désavantages [37], tels que la consommation énorme d'énergie et des coûts élevés des usines de calcination [36].

#### **3.5.1 Objectifs de calcination**

La calcination des phosphates ayant les objectifs suivants :

- La suppression de la matière organique, du dioxyde de carbone et de l'eau de cristallisation, qui va générer une élévation de la teneur en  $P_2O_5$  de 2 à 3 %.
- Une augmentation de la flottabilité du phosphate avec une détérioration de la flottabilité des minéraux rocheux, ce qui permet d'améliorer la sélectivité du procédé de flottation et les performances technologiques d'enrichissement ;
- L'augmentation de la susceptibilité magnétique de la glauconite et des minéraux de fer ce qui permet de favoriser une élimination efficace de ces minéraux par séparation magnétique.

À l'étranger, la calcination des roches phosphatées est utilisée pour raffiner les concentrés (par exemple en Floride et en Caroline du Nord). L'utilisation de la calcination est répandue en Afrique du Nord. Dans les entreprises russes, la calcination des minerais de phosphate n'a pas encore trouvé d'application industrielle [17].

#### **3.5.2 Etapes de calcination**

Le processus de décomposition thermique comprend quatre étapes principales : le séchage, l'élimination des substances organiques, la décomposition des minéraux carbonatés et la défluoration [35].

##### **a. Séchage**

La majorité de la production mondiale de phosphate provient de minerais de phosphate sédimentaires. Ces minerais sont généralement extraits à ciel ouvert et peuvent contenir une importante quantité d'humidité, qui est éliminée par un simple séchage à 105°C à 150°C.

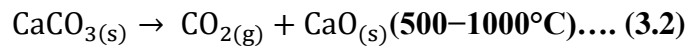
### b. Élimination de l'eau et de la matière organique combinées

L'élimination des matières organiques et de l'eau adsorbée est effectuée à une température de 150°C à 500°C ; La méthode de calcination a été étudiée par Blazy et Bouhaouss en 2005 afin d'éliminer la matière organique des phosphates Marocain. Les phosphates organiques « noirs » ont été analysés et d'après les résultats obtenus ils ont montré que la matière organique est éliminée dans une température allant de 210°C à 475°C [38].

### c. Décompositions des carbonates

#### - Calcite (CaCO<sub>3</sub>)

Les températures à lesquelles la calcite se décompose thermiquement peuvent être très variables selon, la taille des particules, la quantité totale de l'échantillon et la vitesse de chauffage. Le carbonate de calcium se transforme en oxyde de calcium et en dioxyde de carbone lorsqu'il est chauffé (équation 3.2)

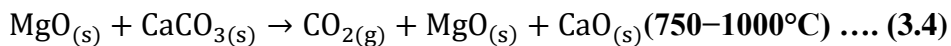
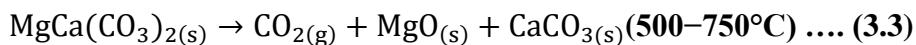


Lorsqu'un échantillon de 500mg (-74µm) a été chauffé à 120°C/h dans une atmosphère d'air, la calcite a commencé à se décomposer entre 600 et 800°C. Le même échantillon chauffé sous atmosphère de CO<sub>2</sub> s'est décomposé de 900 à 920° C

Il est primordial de bien comprendre les paramètres de la calcination afin de garantir une décomposition thermique optimale de la calcite : Chauffer le minerai pendant une période plus longue, à des températures supérieures à celles nécessaires, entraînerait une consommation d'énergie considérable et pourrait éventuellement entraîner d'autres problèmes lors du traitement ultérieur.

#### - Dolomite (Mg Ca(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)

La décomposition thermique de la dolomite été démontrée en deux étapes : La décomposition de la partie carbonate de magnésium de la dolomite est la première étape, comme le montre l'équation 3.3, puis la décomposition des carbonates de calcium restants en deuxième étape, (l'équation 3.4).



Les paramètres suivants peuvent influencer les températures précises de décomposition thermique :

- Masse de l'échantillon du minerai (profondeur du lit) ;
- Vitesse de chauffage de minerai ;
- Granulométrie des particules [13].

#### d. Suppression du fluor des minerais phosphatés

Le fluor est détruit à des températures allant d'environ 1370°C à 1510°C. De cette manière, on obtient un concentré de phosphate de haute pureté qui présente un rapport phosphore/fluor adéquat pour être utilisé comme complément alimentaire pour les animaux. Toutefois, lors de la fabrication des concentrés de phosphate destinés à l'alimentation par voie humide, les températures supérieures à 1000°C ont un impact négatif sur la réactivité du produit calciné[35].

##### 3.5.3 Trempe et déschlammage du minerai de phosphate calciné

Le carbonate de calcium se décompose thermiquement, ce qui produit du gaz  $\text{CO}_2$  et de l'oxyde de calcium solide (CaO).

Une première trempe à l'eau permet de séparer le CaO des minéraux phosphatés, puis une séparation granulométrique à l'aide d'hydrocyclones est effectuée. Quand on trempe le minerai calciné à chaud dans l'eau, le CaO se réagit avec les molécules d'eau et devient sous forme de chaux éteinte (hydraté) ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ).

En ce qui concerne le MgO, la trempe génère du  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , qui présente une solubilité très faible dans l'eau.

Il a été constaté dans une étude sur différentes solutions de trempe que la trempe avec 5% de nitrate d'ammonium  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ , 5% de chlorure d'ammonium  $\text{NH}_4\text{Cl}$  et de l'eau offre des résultats plus efficaces.

Une fois que le minerai calciné a été trempé, le  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , et le  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  sont séparés du concentré de phosphate en utilisant des classificateurs comme les hydrocyclones. Pour que cette séparation soit efficace, il est important de ne pas broyer trop finement le minerai d'alimentation. Il est important d'effectuer un contrôle rigoureux du lavage par attrition et du déschlammage afin de minimiser les pertes de phosphate dans les rejets [13].

La figure suivante montre le processus de calcination des minerais phosphatés :

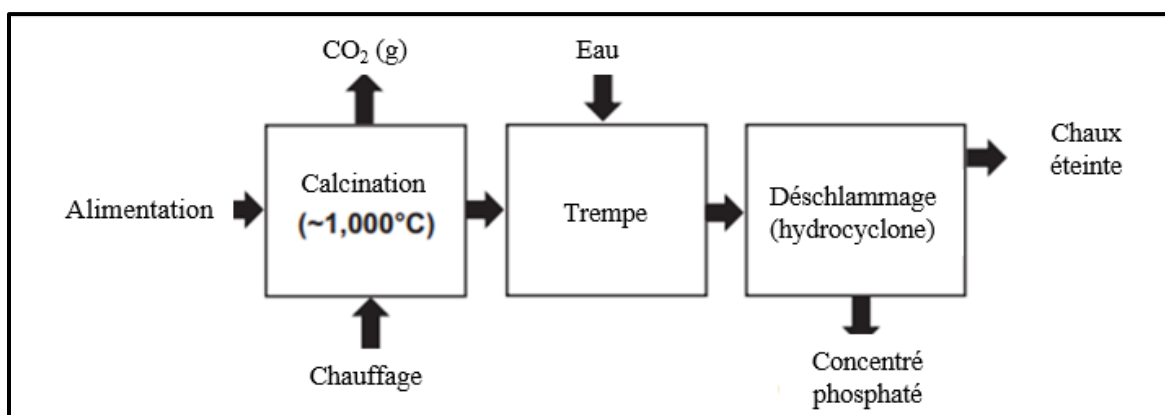


Figure 3.7. Organigramme simplifié pour la calcination des minerais de phosphate [13].

### 3.5.4 Effets de la calcination sur la réactivité des produits phosphatés

Le phosphate calciné concentré présente une réactivité moindre lors de la fabrication d'acide phosphorique par voie humide. On ne souhaite pas ce phénomène, car il diminue la vitesse à laquelle l'acide phosphorique peut être produit. La diminution de la réactivité peut être expliquée par les modifications chimiques et physiques que le minerai de phosphate subit lors de la calcination [35][39].

## 3.6 Procédé de Flottation

La flottation est une méthode de traitement physico-chimique des minerais, qui repose sur la différence des propriétés hydrophobes et hydrophiles des minéraux à séparer.

### 3.6.1 Mouillabilité dans la flottation des minerais

On appelle la mouillabilité interfacial : l'hydrophilie et l'hydrophobie ; les solides hydrophiles sont complètement mouillés par la phase aqueuse en vrac ; tandis que les solides hydrophobes ont la capacité à se mouiller partiellement par l'eau. Donc, le mouillage désigne l'adhésion d'une phase liquide à une autre phase (solide ou liquide) de manière à étendre la cohésion de la phase d'étalement (mouillage).

### 3.6.2 Hydrophobie et minéralisation des bulles

La flottation est souvent décrite comme un processus de transport dans lequel les bulles d'air servent de support aux particules minérales hydrophobes. Comme les bulles ne peuvent différencier que les particules hydrophobes et hydrophiles, la séparation sélective dépend fortement des différences d'hydrophobicité entre les particules minérales séparées.

D'un point de vue pratique, l'hydrophobicité et la minéralisation des bulles sont peut-être les deux facteurs les plus importants dans la flottation et régissent la cinétique du système et la sélectivité de la flottation.

#### - **Hydrophobie**

C'est la transition sélective des surfaces de certains minéraux d'un état hydrophile (à condition que le minéral ne soit pas naturellement hydrophobe) vers un état hydrophobe (qui repousse l'eau), ce qui entraîne une condition d'attachement aux bulles d'air.

#### - **Minéralisation des bulles**

La minéralisation des bulles d'air et son transport à la phase mousseuse sont influencés par des facteurs éléments physiques, mécaniques et chimiques. La condition initiale et primordiale est l'hydrophobicité de la surface de particule.

Autrement dit, il est nécessaire de rendre la particule hydrophobe afin qu'elle puisse s'accrocher à la bulle d'air.

Il existe de nombreux facteurs éléments physiques qui influencent la minéralisation [40], et qui varient considérablement en fonction du type d'appareil utilisé (c'est-à-dire celui de flottation).

D'une manière générale, on peut distinguer deux théories principales de minéralisation des bulles, il s'agit notamment (a) de la collision de particules minérales hydrophobes avec des bulles d'air, dans laquelle la particule est attachée à une bulle d'air, et (b) la formation de bulles d'air sur les particules minérales à la suite de la précipitation des gaz dissous dans l'eau, ce que l'on appelle dans la théorie moderne de la flottation la flottation par gaz dissous.

La fixation de particules minérales sur des bulles d'air est régie par les trois étapes suivantes :

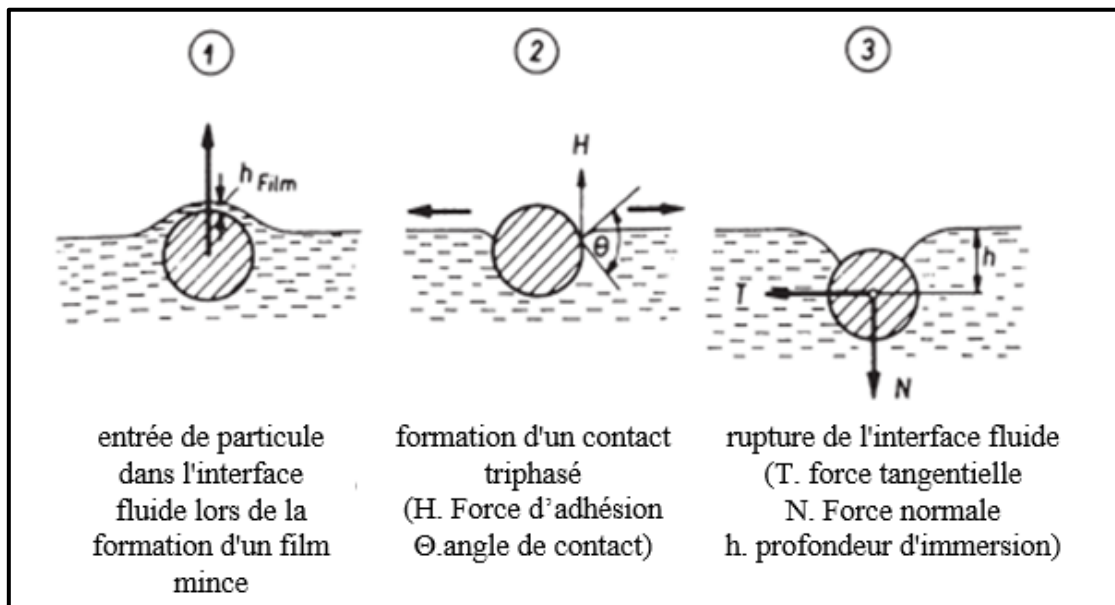
Dans un premier temps, un film mince se forme entre la surface solide et l'interface fluide sous l'influence des forces électrostatiques et de Van der Waals. Pour détruire ce film, un travail est nécessaire.

Cette rupture est la condition préalable à la formation du TPC. Le processus de rupture joue principalement un rôle régulateur important pour la sélectivité.

Dans la deuxième étape, le TPC se forme entre les phases liquide, solide et gazeuse avec un angle de contact  $\theta_i$ . Le TPC doit se répandre à grande vitesse sur la surface solide afin d'établir une particule à l'interface gaz-liquide.

Les forces agissant sur les particules, telles que leur poids dans le champ gravitationnel, la pression hétérostatique, la flottabilité, la force de tension et la force du champ turbulent sur une turbine d'une machine de flottation, doivent être contrebalancées par la force capillaire. Pour qu'une particule flotte, le travail nécessaire pour rompre le film de la limite de phase doit être supérieur à son énergie cinétique et potentielle [40].

Ce processus en trois étapes est illustré dans la figure 3.8.



**Figure 3.8.** Processus au cours de l'attachement des particules aux bulles [40].

### 3.6.3 Réactifs de flottation

#### 3.6.3.1 Collecteurs

Il est nécessaire d'apporter une hydrophobie à la plupart des minéraux pour les rendre flottants. Afin d'accomplir cela, on ajoute des agents tensioactifs connus sous le nom de collecteurs à la pulpe et on les accorde un temps d'adsorption pendant l'agitation, au cours ce que l'on appelle le temps de conditionnement.

Les collecteurs sont des substances organiques qui s'adsorbent sur la surface de certains minéraux, ce qui permet à la particule de s'attacher à la bulle.

Il est possible que les collecteurs soient des substances non ionisantes, presque insolubles et extrêmement hydrophobes. Un exemple est le kérosène, ces collecteurs sont employés avec des minéraux naturellement hydrophobes comme le charbon et la molybdénite, pour accroître leurs flottabilités, ce qui est parfois appelé flottation assistée par le pétrole [41].

La forme la plus répandue est celle des collecteurs solubles et ionisants, qui ont trouvé une grande utilisation. Ils sont hétéropolaires, la molécule contient un groupe hydrocarboné non polaire (chaîne hydrocarbonée, R) et un groupe polaire, qui peut être de différents types. Le radical hydrocarboné non polaire est particulièrement hydrophobe, tandis que le groupe polaire assure la solubilité de la molécule.

Le groupe polaire joue un rôle essentiel en tant que groupe fonctionnel (ou réactif) et c'est grâce à lui que la réaction avec les sites de la surface minérale se produit (notamment l'adsorption).

Selon la figure 3.9, le résultat global de l'adsorption est que la chaîne hydrocarbonée non polaire est dirigée vers l'eau, ce qui rend le site hydrophobe.

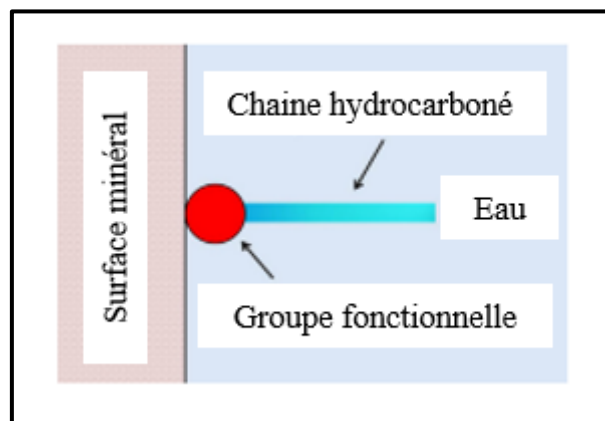


Figure 3.9. Adsorption du collecteur à la surface minérale.

On peut classer les collecteurs ionisants en fonction du type d'ion, qu'il soit anionique ou cationique, ou de leurs utilisations principales, que ce soit pour les minéraux non sulfurés ou les minéraux sulfurés. La figure 3.10 rassemble les deux catégories.

Il existe deux types des collecteurs anioniques selon la structure du groupe polaire : le type sulfhydrile et le type oxyhydrile.

Le sulfhydrile désigne le groupe SH qui se trouve dans le collecteur sous forme non dissociée. Le thiol désigne le carbone associé au SH, tel que C-SH ou R-SH. Cette catégorie de collecteurs est définie par le sulfhydrile et le thiol. On les retrouve fréquemment dans la flottation des minéraux sulfurés [41].

L'autre type de collecteurs anioniques est l'oxyhydrile (se référer au groupe OH), et ils sont principalement utilisés dans la flottation sans sulfure. Comparée aux collecteurs sulfhydrile, la chaîne d'hydrocarbures est généralement plus longue. Généralement fournis sous forme de sels de sodium (Na) ou de potassium (K).

Les collecteurs cationiques utilisent principalement de l'azote pentavalent, les amines primaires (grasses) (comme les amines avec un radical R) et les éther-amines, qui sont les plus fréquentes. En général, la chaîne hydrocarbonée est composée de C12-24 et l'anion est un halogénure qui n'a pas d'influence directe sur l'action du collecteur. Ils sont principalement employés pour les produits non-sulfurés.

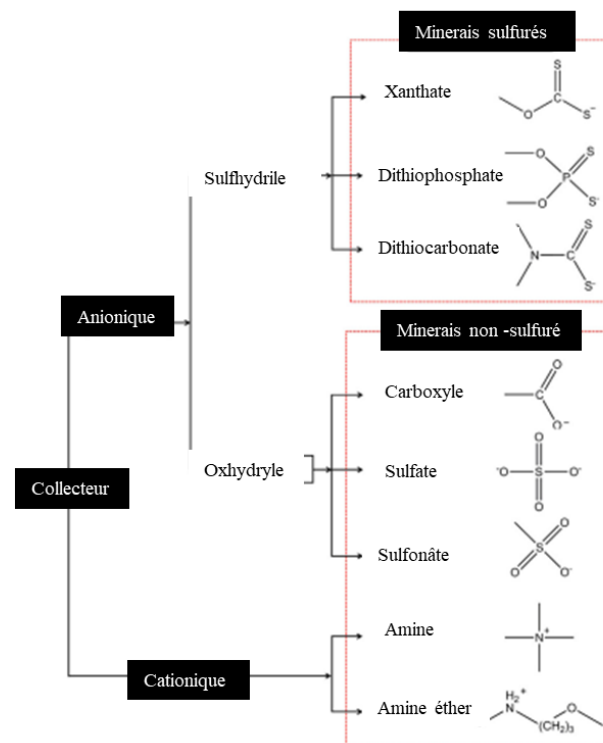


Figure 3.10. Classification des collecteurs ioniques [41].

Les réactifs amphotères et les réactifs chélatants sont d'autres catégories de collecteurs. En fonction du pH, les collecteurs amphotères ont des propriétés cationiques et anioniques.

Ils sont utilisés pour traiter les gisements de phosphate sédimentaires et pour améliorer la sélectivité de la flottation de la cassitérite [41].

Les réactifs chélatants ont été proposés comme agents de flottation en raison de leur capacité à former des composés stables avec certains cations. Leur action avec les ions métalliques dans une solution en vrac est bien comprise, mais la difficulté réside dans la transposition de cette action aux ions métalliques présents à la surface d'un minéral.

Les collecteurs sont généralement utilisés en petites quantités, car une concentration plus élevée, outre son coût, a tendance à faire flotter d'autres minéraux, réduisant ainsi la sélectivité. Il est toujours plus difficile d'éliminer un collecteur déjà adsorbé que d'empêcher son adsorption.

Un surdosage de collecteur peut entraîner des problèmes de stabilité de la mousse, allant de l'immobilité à l'effondrement, et peut induire un regroupement de bulles dans la pulpe, c'est-à-dire des réseaux de bulles reliées par des particules, qui peuvent potentiellement piéger la gangue [41].

### 3.6.3.2 Moussants

Les moussants ont trois fonctions principales en flottation :

- Participe à la formation et à la préservation des petites bulles ;
- Éviter que les bulles montent trop rapidement ;
- Production de mousse.

La formation d'une mousse signifie que les bulles n'éclatent pas lorsqu'elles atteignent le sommet de la pulpe, ce qui permet aux particules collectées de déborder sous forme de produit flottant.

Les agents moussants sont une catégorie de tensioactifs, cette fois actives à l'interface gaz-liquide. Les agents moussants sont généralement des composés hétéropolaires avec un groupe polaire (c'est-à-dire hydrophile), souvent un hydroxyle, et une chaîne hydrocarbonée hydrophobe. Quand il y a des molécules tensioactives dans l'eau, les dipôles d'eau se lient facilement (liaison H) avec les molécules polaires. Cependant, il n'y a presque pas de réaction avec le groupe hydrocarbure apolaire, car ils ont tendance à le forcer dans la phase aérienne. Ainsi, la structure hétéropolaire de la molécule d'agent moussant conduit à son adsorption à l'interface gaz-liquide, les groupes non polaires étant orientés vers l'air et les groupes polaires vers l'eau (Figure 3.11) [41].

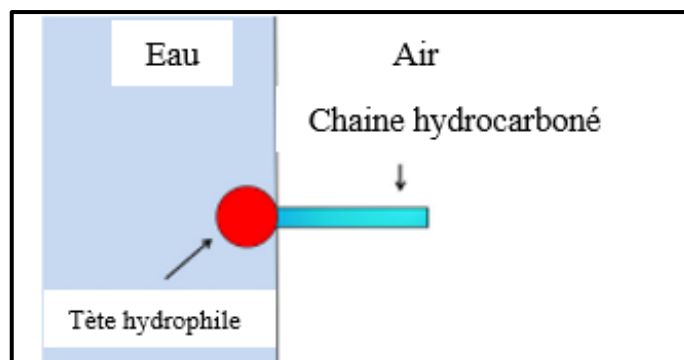


Figure 3.11. Orientation d'une molécule de moussant sur l'interface gaz-liquide [41].

À l'origine, les huiles naturelles comme l'huile de pin sont utilisés comme moussant, mais leur utilisation a diminué au fil du temps. Les différentes caractéristiques de collecte des huiles naturelles ont également eu un impact sur la sélectivité du processus (peut rendre la flottation sélective difficile) [41].

### **3.6.3.3 Régulateurs du milieu**

En flottation, les régulateurs, également appelés modificateurs, sont couramment employés afin de modifier l'action du collecteur, que ce soit en augmentant ou en diminuant son effet hydrophobe sur la surface minérale. Ainsi, l'action du collecteur devient plus sélective à l'égard de certains minéraux. On peut classer les régulateurs en activant, déprimant et modifiant le pH.

#### **a. Activants**

Ces réactifs modifient la nature chimique des surfaces minérales afin qu'elles puissent réagir avec le collecteur et devenir hydrophobes ; En général, les activants sont des sels solubles inorganiques qui s'ionisent en solution, ce qui entraîne une réaction entre les ions et la surface minérale.

#### **b. Déprimants**

L'utilisation de ce type de réactifs permet de modifier la nature chimique de certaines surfaces minérales en les rendant hydrophiles, et donc d'améliorer la sélectivité de la flottation.

#### **c. Régulateurs de pH**

L'alcalinité de la pulpe joue un rôle important, bien que complexe, dans la flottation et, en pratique, la sélectivité dans les séparations dépend d'un équilibre entre les concentrations de réactifs et le pH.

La flottation est généralement réalisée en milieu alcalin, ce qui présente l'avantage supplémentaire que la plupart des collecteurs, y compris les xanthates, sont stables dans ces conditions et que la corrosion des cellules, est réduite. L'alcalinité est régulée par l'ajout de chaux, de carbonate de sodium et, dans une moindre mesure, d'hydroxyde de sodium ou d'ammoniaque.

Les régulateurs de pH sont fréquemment employés en grande quantité. À titre d'exemple, même si la chaux est moins coûteuse sur la base de poids unitaire que les collecteurs, le coût global de la flottation des minéraux sulfurés est à peu près le double de celui du collecteur utilisé. Ainsi, il est possible de réaliser des économies importantes en choisissant et en utilisant correctement des régulateurs de pH [41].

### 3.6.4 Facteurs qui influencent la cinétique de flottation

#### 3.6.4.1 Impact de débit d'air sur la vitesse flottation

Plusieurs résultats expérimentaux ont montré que la vitesse de flottation est fortement influencée par le débit d'air. On peut distinguer deux effets de l'air sur la flottation :

- En cas d'un faible débit d'air, leur augmentation a un impact bénéfique sur la flottation. Expérimentalement, il a été prouvé qu'une augmentation du débit peut accélérer la flottation.

Les résultats expérimentaux ont également prouvé qu'un débit d'air excessif entraînerait une récupération plus faible du concentré.

- Le débit d'air peut aussi réduire la densité de la pulpe de flottation, ce qui engendre une réduction de la puissance absorbée par d'entrée la pulpe et une réduction de l'attachement, ce qui a un effet négatif [42].

#### 3.6.4.2 Influence de la granulométrie sur la flottation

Pour séparer les minéraux lors de la flottation, les agrégats de minéraux doivent être détruits, ce qui se fait par le broyage du minerai, qui vise à donner aux particules une taille suffisante pour qu'elles soient solidement fixées sur les bulles d'air. Les particules minérales de grande taille se détachent aisément des bulles d'air et se transforment en résidus.

Toutefois, lorsque la pulpe est finement broyée, une importante quantité de boues fines se forme dans celle-ci, cela entraîne une détérioration de la flottation en réduisant la vitesse et la sélectivité de la flottation, et en augmentant la consommation de réactifs.

Les études en laboratoire permettent donc d'établir expérimentalement le degré de broyage idéal du minerai lors de l'enrichissement par flottation.

Le broyage optimal du minerai avant la flottation doit garantir :

- Effectuer une analyse approfondie des agrégats minéraux, ce qui permet d'obtenir des concentrés et des résidus d'une excellente qualité, qui sont déterminés par analyse optique des cristaux ;

- Absence des particules de grosse taille dont la flottation est impossible ;

- Quantité minimale des boues fines, car elles nuisent à la flottation.

Lors du choix du degré de broyage optimal, l'objectif est d'obtenir le broyage le plus grossier possible du minerai, ce qui facilite l'épaississement et la filtration du concentré, réduit les coûts de séchage et augmente la productivité du broyeur. A cet effet, des circuits de broyage en cycle fermée sont utilisés, incluant des opérations de classification préliminaire [17].

#### 3.6.4.3 Densité de la pulpe

La densité de la pulpe lors de l'enrichissement par flottation est influencée par le rapport entre les phases solide et liquide. Il y a deux méthodes pour calculer ce rapport.

1. Teneur en phase solide dans la pulpe en pourcentage massique :

$$P = (T / (T + w))100$$

Où :

T : poids de solide par unité de volume de pulpe ;

W : poids de l'eau dans le même volume ;

T + w : poids par unité de volume de pulpe.

2. le rapport du poids de solide au poids de liquide dans la pulpe (T : w) ou du poids de liquide au poids de solide (w : T = R).

La densité de la pulpe a un impact différent sur la flottation. L'augmentation de la densité de la pulpe engendre une baisse du volume de la pulpe ce qui entraîne une diminution de la taille des machines de flottation et une augmentation de la concentration des réactifs. À cet égard, il est recommandé de faire flotter la pulpe ayant la densité la plus élevée.

Toutefois, une augmentation très importante de la densité de la pulpe conduit à une augmentation de sa viscosité et à une diminution significative de l'aération de la pulpe, ce qui entraîne une baisse du degré d'extraction du concentré [17].

La densité élevée de la pulpe provoque une surcharge de bulles et rend même impossible la flottation. une densité élevée de pulpe peut aussi engendrer la formation des bulles très fines, qui sont trop lourdes pour flotter une fois minéralisées [42]. Par conséquent, la densité optimale de la pulpe déterminée expérimentalement pour chaque type de minerai [17].

#### **3.6.4.4 Composition minéralogique du minerai**

Le processus d'enrichissement par flottation est influencé par la composition minéralogique du minerai, le type de l'accrétion des minéraux et leurs caractéristiques de flottation. Une fois que la composition chimique et minéralogique du minerai est analysée, il est envisageable de choisir des réactifs de flottation pour enrichir le minerai, c'est-à-dire séparer certains minéraux en produit mousseux [17].

#### **3.6.4.5 Effet d'autres facteurs sur la flottation**

Le dosage du réactif, la température et le pH sont étroitement liés aux propriétés minérales, l'effet de ces facteurs est spécifique au minéral [42].

#### **3.6.5 Difficultés d'enrichissement par flottation**

Les problèmes liés à l'enrichissement par flottation comprennent :

Une grande dispersibilité du phosphate contenu dans les grains à séparer. Il est fréquent de décomposer des particules renfermant des concentrations plus ou moins significatives de phosphate, qui présentent des caractéristiques de flottation similaires.

L'existence de carbonates de calcium et de magnésium, qui présentent une flottabilité identique à celle du phosphate ;

Certains minerais contiennent des quantités importantes d'hydroxydes de fer et d'argiles, qui forment une grande quantité de boue d'argile ocre pendant le broyage, ce qui nuit considérablement à la flottation et contamine le concentré ;

Le faible prix des concentrés produits empêche l'emploi de réactifs efficaces et coûteux, ainsi que de méthodes de flottation complexes ;

Dans le cas où le minerai ne contient pas de carbonates alcalino-terreux, le phosphate peut être séparée de silicates à partir d'un produit déschlammé soit par flottation anionique directe des phosphates, soit par flottation inverse des silicates en utilisant des amines ;

La glauconite présente dans la pulpe modifie la sélectivité de flottation des phosphates, puisque les boues de glauconite dépriment la phosphorite et que les boues de phosphorite activent la glauconite ;

L'enrichissement efficace des sables phosphatés de quartz-glauconite est obtenu par l'utilisation d'une séparation magnétique préliminaire du minerai, qui assure la séparation de la glauconite faiblement magnétique en un produit séparé [17].

### **3.7 Lixiviation acide**

Afin de traiter les minerais de phosphate-calcaire la lixiviation acide peut être utilisée. Dans cette opération, les minéraux de la gangue carbonatée sont plus susceptibles de se dissoudre dans la solution acide diluée, tandis que les minéraux phosphatés sont conservés dans les résidus lessivés. Alors, le résultat est une séparation des minéraux phosphatés des rejets carbonatée.

L'utilisation d'acides minéraux courants est souvent responsable de la dissolution de  $P_2O_5$ , ce qui engendre une diminution de la récupération de  $P_2O_5$ , tandis que la sélectivité de lixiviation des acides organiques est importante. Par conséquent, les acides organiques sont privilégiés lors de la lixiviation. L'acide lactique, l'acide formique et l'acide succinique sont des acides organiques souvent utilisés.

Bien que le processus de lixiviation chimique de la roche phosphatée calcaire soit simple et de qualité, il est possible d'obtenir le concentré dans des conditions de lixiviation optimales, mais il comporte encore certains inconvénients, tels que :

- Les acides organiques utilisés sont coûteux, ce qui entraîne également une augmentation significative du coût de fabrication ;
- La lixiviation demande habituellement entre 30 et 60 minutes, ce qui est considérablement plus long que les autres techniques d'enrichissement physique [43].

### 3.8 Synthèse des travaux sur le traitement des Phosphates

Différentes technologies ont été développées pour traiter les minerais phosphatés en raison de leurs grandes diversités de types et de caractéristiques. Si le minerai est suffisamment riche, il suffit de faire un concassage, séchage et une opération de tamisage (technique utilisé au Maroc) ou une opération de dépoussiérage (effectuée en Jordanie) ou au déschlammage (Tunisie, Rio de Oro). Dans d'autres cas, des schémas combinés assez complexes sont utilisés, notamment le lavage et la flottation (États-Unis, Sénégal), le lavage et la calcination (Algérie, procédé arrêté actuellement), la séparation magnétique et la flottation (Amérique du Sud)[17], et d'autres schémas combinés.

#### 3.8.1 Traitement par calcination et table à secousse

Shahram Shariati en 2015 a traité un minerai carbonaté de 9 à 10% en  $P_2O_5$ , et se compose de la calcite, le fluorapatite, le quartz, la kaolinite et d'illite. D'après les recherches microscopiques optiques effectuées, il a démontré que 80% du minerai d'apatite est libéré à une taille de 100 $\mu$ m.

Les résultats ont été encourageants en utilisant une méthode de calcination-table à secousse pour enrichir ce type de minerai. La teneur finale en  $P_2O_5$  arrive jusqu'à 30,77%, avec une récupération comprise entre 60,7% et 63,2% [36].

#### 3.8.2 Traitement par lavage –calcination

El Mokhtar El Ouardi en 2020, a effectué un travail de recherche basé sur l'impact du lavage suivi de la calcination sur la qualité du phosphate de Bouchane du Maroc. À cet effet, une étude comparative entre la calcination de minerai brut et la calcination de minerai brut lavé a été réalisé.

D'après les résultats, la calcination pendant 30 minutes à une température de 800°C cause une baisse des teneurs de carbone organique, et de  $CO_2$ , et une augmentation de teneur en  $P_2O_5$  de 9,15% et 10,46%, respectivement pour le phosphate brut calciné et le phosphate brut lavé et calciné. Cela démontre que le pré-lavage du phosphate brut reste indispensable pour améliorer la qualité des phosphates et améliorer la réduction de consommation d'énergie, ce qui est à son tour bénéfique pour l'environnement, car il réduit les émissions de  $CO_2$  [34].

#### 3.8.3 Traitement par les méthodes gravimétriques et magnétiques

Les phosphates de Yichang en Chine sont riches en minéraux phosphatés, de taille principalement répartis entre 2mm et 18mm ; la séparation par gravité peut être utilisée pour valoriser ce type de roche phosphatée (Figure 3.12).

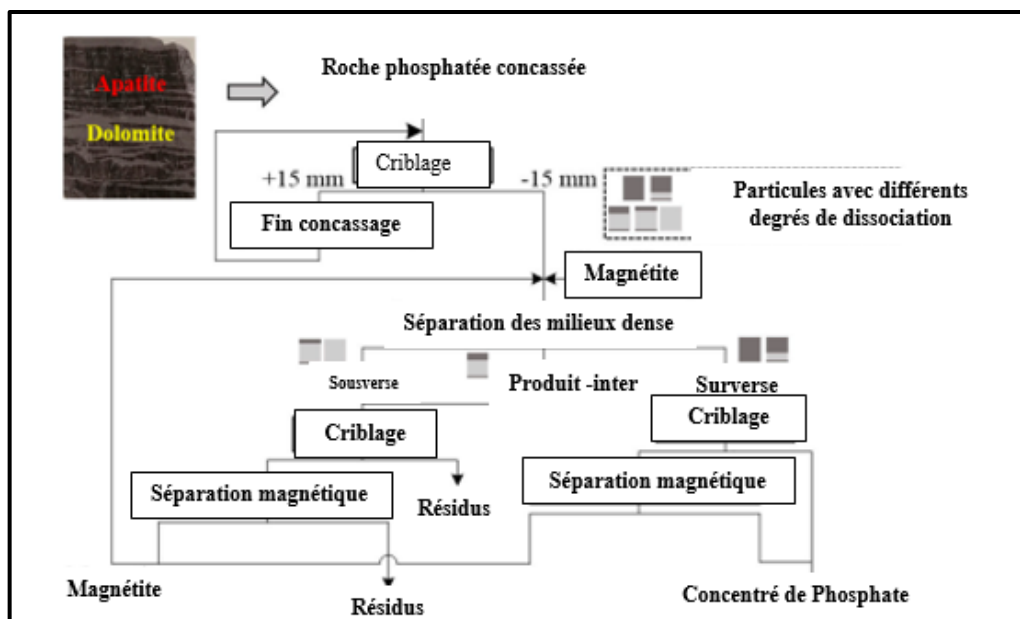


Figure 3.12. Séparation gravimétrique des phosphates sédimentaires de Yichang.

La densité de la pulpe est ajustée entre 2,85 et 2,91g/ml par l'ajout de magnétite, ce qui permet de séparer les minéraux utiles et les rejets.

Après avoir effectué la séparation gravimétrique, les minéraux souhaités sont recueillis dans la sousverse par sédimentation, et les rejets se lient au produit intermédiaire et au surverse, en utilisant un cyclone de milieu lourd. La magnétite contenue dans la sousverse et le surverse peut être recyclée efficacement à travers un tamis de drainage suivi d'une séparation magnétique.

Ensuite, les matériaux non magnétiques seront soumis en outre à une concentration et une filtration, et un concentré à grains fins et une boue résiduaire peuvent être obtenue. Cette méthode a été appliquée avec succès sur le minerai de phosphate de Yichang qui contient 23,50% en  $P_2O_5$ . La teneur et la récupération de  $P_2O_5$  dans le concentré atteignent respectivement 30,64% et 85,60% [43].

### 3.8.4 Traitement par lavage par attrition et déschlammage

Le déschlammage a été appliquée avec succès sur les minerais de phosphate à haute teneur dans la région de Dianchi (Yunnan, Chine). Après avoir concassé et tamisé la roche, la fraction de -25mm a été utilisée pour effectuer le lavage et le déschlammage qui permet d'éliminer les argiles de gangue, et d'avoir un teneur en  $P_2O_5$  de 32% qui est considéré comme un concentré de bonne qualité.

Toutefois, la quantité de phosphate dans les résidus reste encore assez élevée, atteignant près de 19%. Au lieu d'être récupérées de manière efficace, les boues de phosphore sont déposées dans le bassin de résidus, ce qui entraînera un gaspillage considérable de ressources précieuses et un problème environnemental grave. L'utilisation d'une flottation directe pouvait efficacement extraire le phosphate des résidus lavés au Yunnan. Comme résultat, ils ont obtenu un concentré contenant 28,26% de  $P_2O_5$  avec une récupération de 80,37% [44].

### 3.8.5 Traitement par séparation électrostatique

La possibilité d'utiliser un séparateur triboélectrostatique rotatif pour traiter les phosphates de Floride a été étudiée par Sobhy et Tao. Leur étude a révélé qu'un concentré contenant 30% de  $P_2O_5$  a été obtenu avec une récupération supérieure à 85%, tandis que le rejet insoluble dans l'acide a atteint près de 90% [45].

Les minerais de phosphate saoudiens ont toujours une granulométrie allant de 9 à 70mm, et peuvent être valorisés avec un séparateur électrostatique (COM Tertiary XRT B2400, GREANEX, Wilmington, DE, États-Unis). Toutefois, cette approche est souvent restreinte à cause de faible capacité des séparateurs électrostatiques et n'a donc pas été utilisée pour la production à grande échelle des concentrés de phosphate [43].

### 3.8.6 Traitement par séparation magnétique

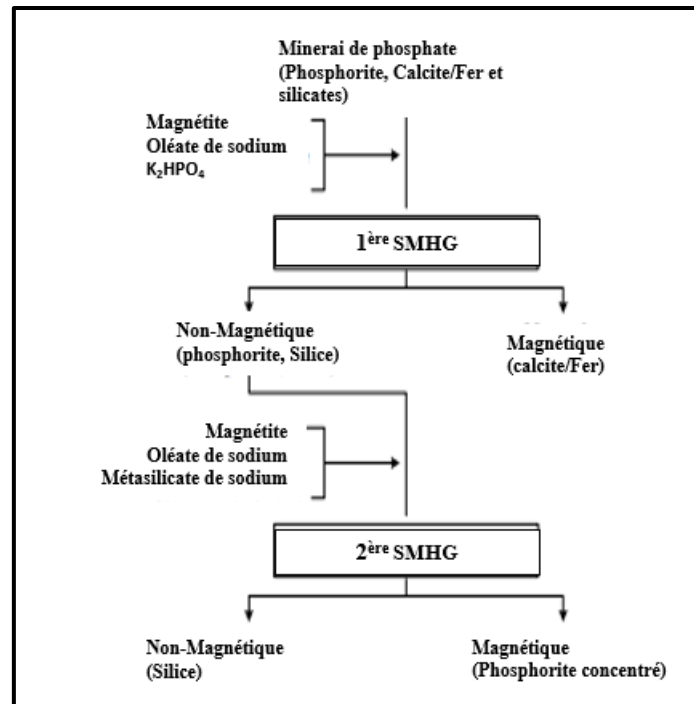
La séparation magnétique à haute intensité (SMHI) a été effectuée par Blazy et Jdid sur le minerai de phosphate égyptien à forte teneur en Abu Tartur, dans une plage de taille allant de 38 à 210mm. Un concentré contenant 31,2% de  $P_2O_5$  a été obtenu en éliminant les minéraux de la gangue (dolomite), ce qui a permis d'avoir une récupération de 70%. Il a été constaté que pendant la séparation magnétique, la dolomite ferrique pénétrait sélectivement dans le produit magnétique, tandis que les minéraux phosphatés restaient dans la partie non magnétique [46].

Une autre recherche a également démontré que l'élimination des carbonates de dolomite d'un minerai de phosphate sédimentaire d'une taille allant de 80 à 250 $\mu$ m, peut être obtenue grâce au processus de séparation magnétique [47].

La séparation magnétique des phosphates à grains fins a été examinée et le schéma de principe a été présenté dans la figure 3.13.

Les minerais de phosphate de taille (53-63 $\mu$ m) de Rajasthan et le Madhya Pradesh ont été soumis à une séparation magnétique à gradient élevé en deux étapes :

- Au début, la calcite/fer a été enveloppée en magnétite et séparée de manière efficace en tant que produit magnétique par l'oléate de sodium et l'hydrogénophosphate dipotassique, tandis que les proportions de phosphorite et de silice sont restées non magnétiques.
- Au cours de la deuxième phase, la phosphorite a été à nouveau recouverte sélectivement par la magnétite. Cela a mené à un enrichissement du produit magnétique en présence d'oléate de sodium et de métasilicate de sodium.
- Un concentré final avec 31,5% de  $P_2O_5$  avec une récupération de 65% a été obtenu.



**Figure 3.13.** Séparation magnétique à haute gradient de minerai de phosphate de Rajasthan et Madhya Pradesh.

Suite aux recherches citées ci-dessus la récupération du phosphate est limitée lors de la séparation magnétique, ce qui signifie que cette méthode n'est pas efficace pour enrichir les minerais de phosphate à grains fins [43].

### 3.8.7 Traitement par table à secousse

Naseer Muhammad Khan a effectué un travail de recherche intitulé : Caractérisation minéralogique et évaluation du minerai de phosphate de Garhi Habib Ullah, District Mansehra, Khyber Pakhtunkwa, Pakistan. Afin d'évaluer et d'améliorer la qualité de ce minerai phosphaté, différentes études minéralogiques, chimiques et de valorisation ont été réalisées.

L'étude minéralogique montre que le gisement est dolomitisée, l'apatite avec un teneur de 22.85% est associée et est enfermée entre des minéraux de gangue tels que la calcite, le quartz et l'hématite.

Grâce à l'utilisation de table à secousse, il est possible d'augmenter la quantité de  $P_2O_5$  dans ce type de minerai jusqu'à atteindre une teneur commercialisable de 30,22%, avec un taux de récupération moyen de 58%. Il a suggéré d'accroître la récupération du phosphate en valorisant les rejets de la table à secousse en utilisant une flottation et une séparation magnétique [48][49].

### 3.8.8 Traitement par flottation

a. Aleksandrova T.N. 2021 a réalisé une étude pour l'amélioration de l'efficacité du traitement de minerai de phosphate par flottation. L'objectif de cette étude est d'analyser

l'impact des paramètres de fonctionnement sur l'efficacité de la flottation des minerais phosphatés provenant de deux gisements différents, l'un magmatique et l'autre sédimentaire.

La flottation anionique directe est utilisée pour traiter le minerai de phosphate d'origine magmatique à faible teneur en  $P_2O_5$  (10,88%), qui contient de la néphéline et des feldspaths. En utilisant des acides gras mélangés de tall oil avec du phospholane anionique comme collecteur anionique. Selon les résultats, le remplacement du phospholane par de l'isotridécane oxyéthylé permet d'obtenir un concentré de grande qualité. Avec l'ajout de 2000g/t de  $Na_2CO_3$ , le concentré obtenu est d'une teneur de 39,15% en pentoxyde de phosphore avec une récupération de 94,19%.

De plus, l'optimisation de l'efficacité de flottation des phosphates sédimentaires de teneur en  $P_2O_5$  de 22,5%, avec une gangue constituée du gypse et du quartz est effectuée par un déschlammage suivie d'une flottation inverse anionique ou cationique ; avec l'utilisation d'un acide gras de l'huile de tall avec le phospholane anionique comme un collecteur dans la flottation inverse anionique, et comme amine dans la flottation inverse cationique. Le tripolyphosphate de sodium a été utilisé comme déprimant de  $P_2O_5$ . Ce type de déprimant est efficace à la fois dans la flottation inverse anionique et dans la flottation inverse cationique.

La teneur en  $P_2O_5$  dans le concentré arrive jusqu'à 31,23% avec un taux de récupération de 95,22% dans le produit de la chambre à un débit d'amine de 950,88g/t et un tripolyphosphate de sodium de 500 g/t [50].

**b.** F. F. Mozheyko, 2015 a réalisé des essais de séparation sur les phosphates nodulaires de la République de Biélorussie qui contient du quartz, du sable et de la glauconite. Il est impossible d'enrichir ce type de phosphorites avec les méthodes traditionnelles, sans l'utilisation des nouvelles technologies. Cela est dû à la composition minérale complexe, à la subtile intercroissance de minéraux contenant du phosphate et du fer, ainsi qu'à la présence des argiles.

La tranche de +0,5mm contient de 89% à 93,7% du phosphate total contenue dans le minerai et dans certains échantillons de la tranche +1mm, tandis que 65 à 80% de sable se trouve dans des classes granulométriques inférieures à 0,5mm.

Le traitement de ces phosphates nodulaires est réalisé par une méthode combinée consiste à un lavage, classification du minerai, flottation principale et de contrôle, deux ou trois flottation plus propres du concentré plus grossier. Ces méthodes ont permis d'avoir un concentré phosphaté d'une teneur en  $P_2O_5$  de 27,2% en  $P_2O_5$  [23].

**c.** Un travail sur l'enrichissement du minerai de phosphorite est réalisé par Sh.A. Kurbonov pour fournir à l'agriculture du Tadjikistan des engrais à partir de matières premières locales. Des recherches ont été menées sur le minerai de phosphate avec une faible teneur en  $P_2O_5$ , allant de 5,7 à 6,5% du gisement de Rivat. Les résultats de l'analyse minéralogique ont confirmé que le minerai est composé d'un grès quartz-phosphorites d'un gris jaunâtre avec des inclusions de grains de nodules de phosphorites, de quartz à grains fins et d'une fraction d'argile. Après avoir effectué une analyse granulométrique du minerai concassé à une granulométrie de -2mm,

il a été constaté que le criblage ne permet pas d'obtenir un concentré fini avec des concentrations commerciales en  $P_2O_5$ . Par conséquent, deux flottations principales et deux flottations de contrôle ont été réalisées ; avec une granulométrie de  $-0,063\text{mm}$ , des mélanges de bon marché et accessibles de l'huile de tall et de kérosène sont utilisés comme réactifs collecteur anioniques, la soude ( $1,5\text{kg/t}$ ) pour régler le pH du milieu, et le verre liquide ( $1,5\text{kg/t}$ ) comme déprimant [51]. La figure (3.14) illustre le schéma de traitement proposé.

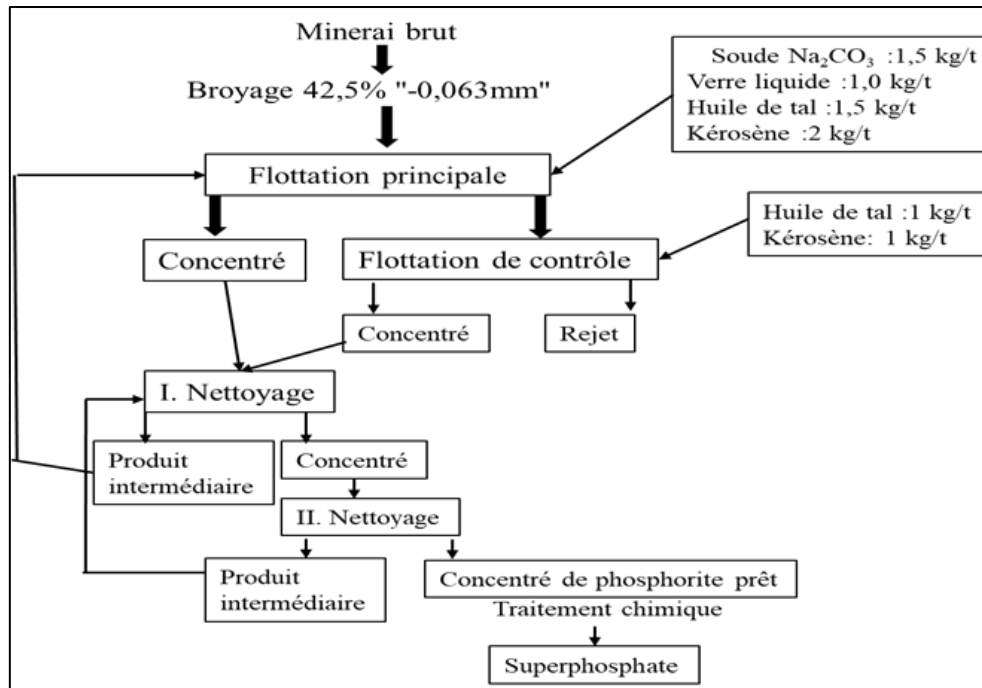


Figure 3.14. Enrichissement du minerai de phosphorite de Tadjikistan [51].

d. F.Ait Merzeg a traité le phosphate algérien pour éliminer la matière organique qui influe sur la viscosité lors de la production de l'acide phosphorique. Afin d'éliminer ce type de gangue une préparation mécanique préalable et une série d'opérations d'attrition et de déschlammage ont été effectués et suivis par une flottation inverse pour les deux classes granulométriques C1 ( $40-250\mu\text{m}$ ) et C2 ( $250-500\mu\text{m}$ ). Les teneurs de  $P_2O_5$  obtenues sont de 30%, avec des rendements de 85 à 95%.

Les meilleurs rendements ont été obtenus avec un temps de conditionnement et de flottation de 10 et 8min pour la classe C1, tandis que pour la classe C2, elles sont de 7,5min et 6min, Le meilleur pH pour les deux classes est de 9. Les dosages optimaux d'acide oléique sont de 2500 et 2000g/t pour les classes C1 et C2, respectivement.

Les Résultats montrent que la flottation inverse est une méthode idéale et a un impact favorable sur l'économie algérien [52]. La figure 3.15 présente le schéma de traitement proposé.

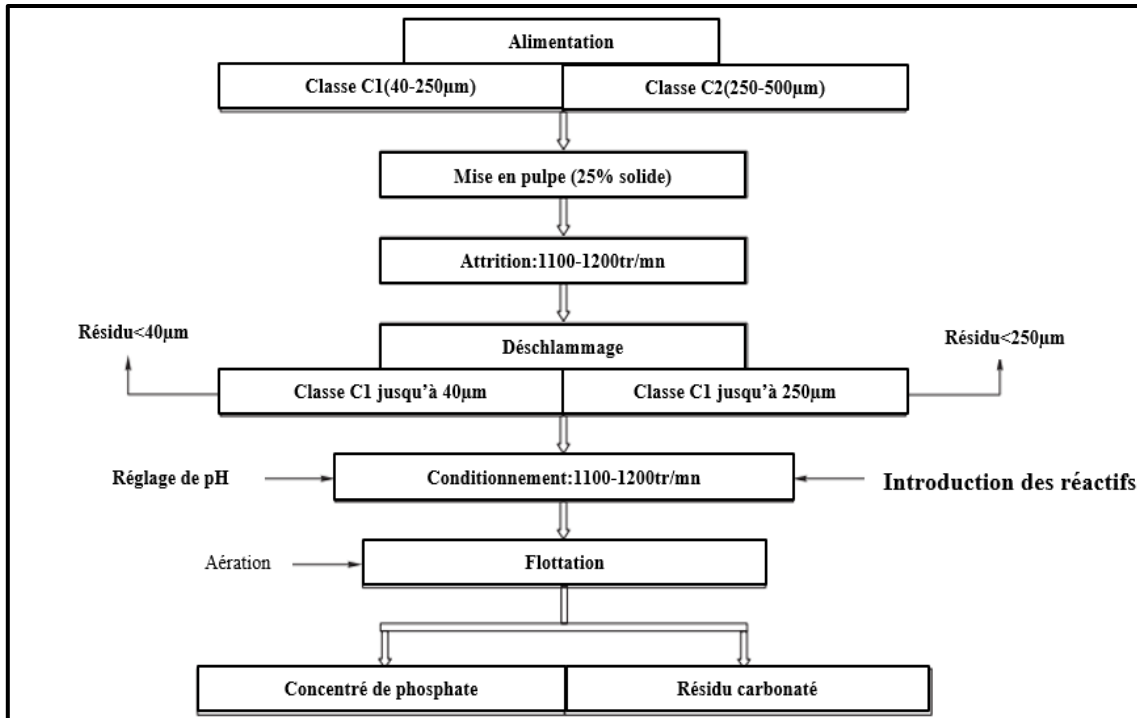


Figure 3.15. Schéma de traitement des phosphates de Kef Essenoun [52].

e. En raison du prix élevé des acides gras, à la qualité alimentaire peu importante et aux réglementations environnementales plus rigoureuses, un nouveau procédé inverse appelé « Crago » a été mis au point afin d'éliminer la silice du minerai de phosphate en Floride. Son schéma de principe est illustré dans la figure 3.16. Il est possible d'obtenir une séparation efficace des gangues carbonatées en utilisant des flottations anioniques inverses à un pH d'environ 4,5 sans l'ajout d'un déprimant de phosphate [43].

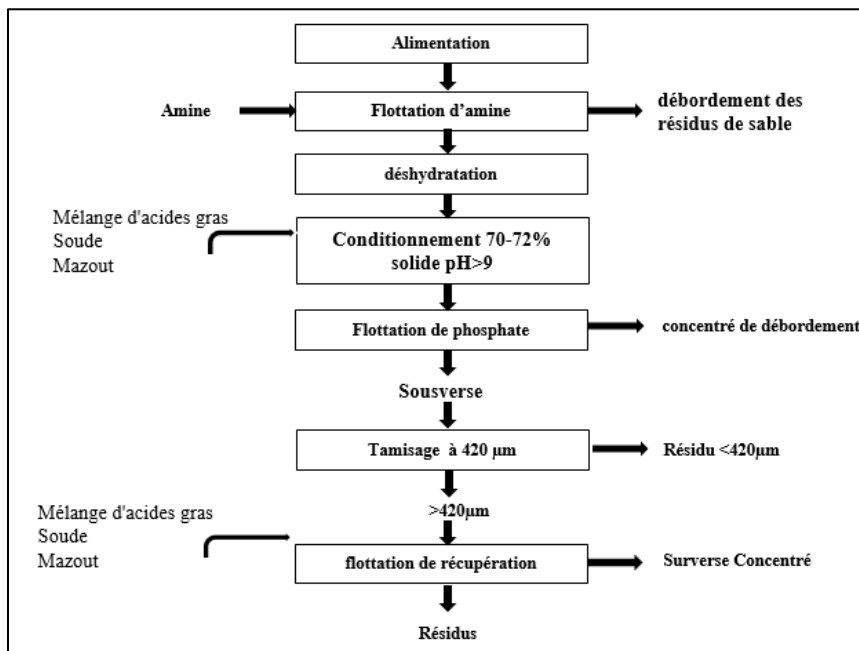


Figure 3.16. Traitement de phosphate de Florida par le procédé conventionnel « Crago » à double flotteur [43].

e. Les phosphates composés de la silice, ou bien de calcaire et les roches phosphatées calcaire-siliceuse, sont trois types différents de minerais de phosphate qui sont traités par flottation. La roche phosphatée siliceuse est enrichie par flottation directe anionique et flottation inverse cationique, tandis que la roche phosphatée calcaire est enrichie par flottation inverse anionique unique. En règle générale, un procédé de flottation en deux étapes, connu sous le nom de flottation directe-inverse (Figure 3.17) ou double flottation inverse, est utilisé pour éliminer la silice et les carbonates des phosphates calcaires-siliceux [43].

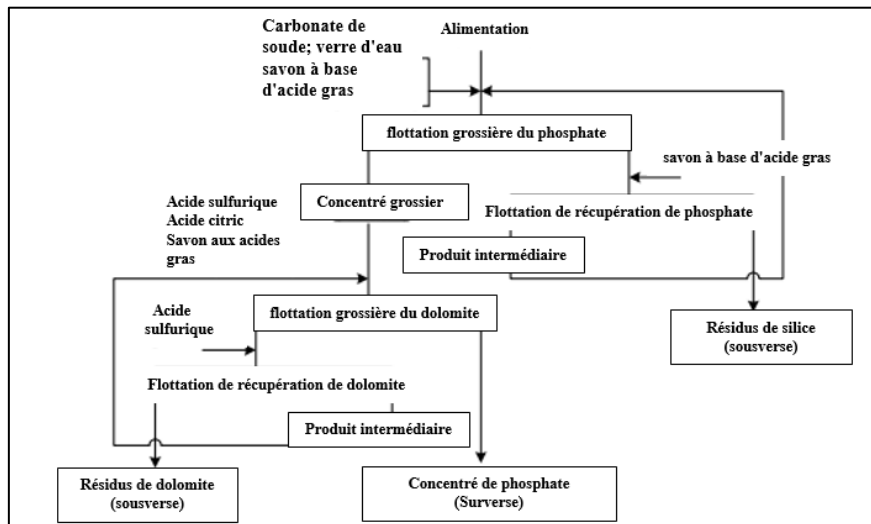


Figure 3.17. Traitement des phosphates des calcaires siliceux par flottation direct-inverse [43].

g. La composition minérale complexe des phosphorites du bassin de Karatau (Kazakhstan) ainsi que leur intercroissance fine de phosphates, de dolomite, de calcite et de quartz ; et la proximité des propriétés physicochimiques et de flottation des minéraux, rend leur enrichissement difficile. Parmi les schémas offerts pour l'enrichissement par flottation, le schéma de flottation carbonate-phosphate est le plus performant. (Fig.3.18), [17].

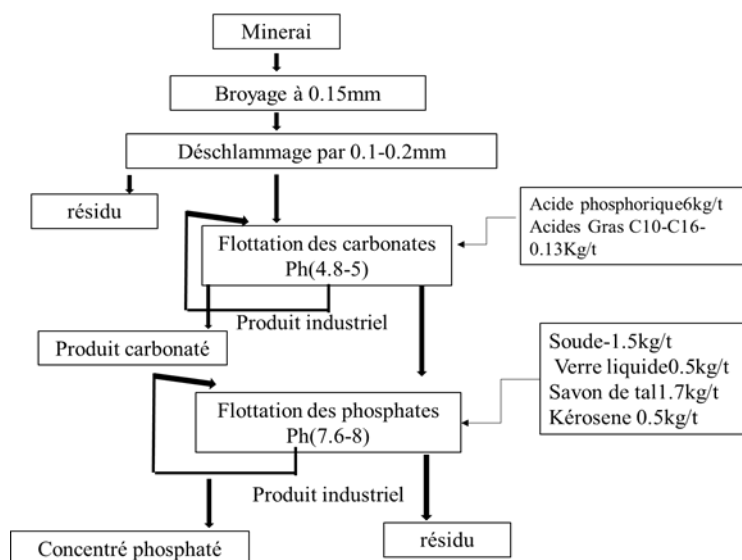
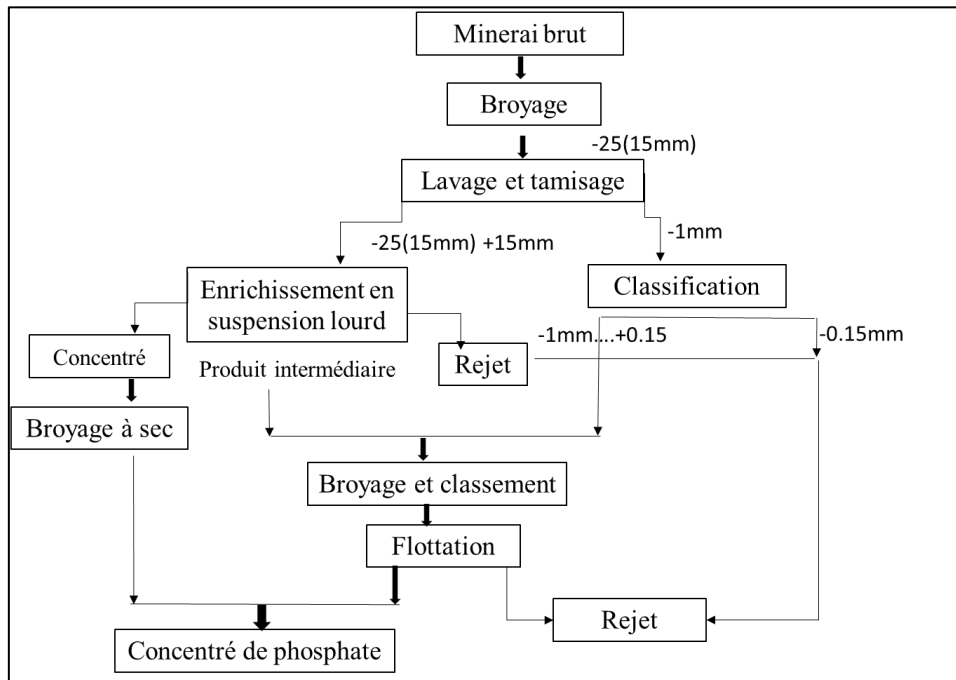


Figure 3.18. Schéma de la flottation sélective des phosphorites de Karatau [17].

h. Une réduction significative des dépenses liées à l'enrichissement du phosphate dans le bassin de Karatau a été obtenue en utilisant un schéma combiné de gravité-flottation. (Figure 3.19) [17].



**Figure 3.19.** Traitement des phosphates de Karatau par méthode combiné de gravité-flottation [17].

i.Bhatti, M. A, 2020 a réalisé des essais de flottation sur les phosphates de gisement Tarnawai, de teneur en  $P_2O_5$  de 22.05%, et qu'ils sont composés principalement de la collophane (carbonate fluorapatite) comme minéral phosphaté précieux ainsi que des minéraux siliceux, carbonatés et argileux.

Le développement d'une technologie à double flotteur (direct et inverse) a permis d'améliorer la valorisation de ce type de roches en produisant un concentré de grande qualité avec un taux de récupération élevé. Cette technologie mise au point comprend trois étapes distinctes :

Dans un premier temps, le minerai est broyé humide jusqu'à ce qu'il soit libéré, puis les rejets liquides sont éliminés à l'aide d'un classificateur à cône. Pour obtenir un concentré de phosphate plus grossier, le minerai deschlammé et broyé a été flotté directement par flottation anionique en utilisant l'acide oléique comme collecteur. Ce concentré a été nettoyé à un seul stade avec une quantité supplémentaire de réactifs. Ensuite, les particules fines de l'opération de broyage sont flottées par flottation en colonne.

Pour éliminer les réactifs qui se sont fixés à la surface du concentré de nettoyage et le concentré de flottation de la colonne, il est nécessaire de mélanger et de laver ces concentrés avec de l'eau chaude.

La dernière étape consiste à utiliser un collecteur d'amines grasses pour flotter le quartz et les silicates, et de déprimer les phosphates.

Le concentré final ayant une teneur en  $P_2O_5$  de 32,85%. Le concentré est de haute qualité et satisfait aux exigences de qualité des engrais phosphatés et d'acide phosphorique [53].

j.Aarab, I., 2020 a effectué une étude préliminaire de micro-flottation pour développer de nouvelles voies d'enrichissement des minerais de phosphate marocains à faible teneur ; les phosphates marocains sont principalement traités par flottation inverse. Pour cette raison, des essais ont été réalisés dans une cellule de micro-flottation dont le but de développer des nouvelles méthodes d'enrichissement par flottation directe entrant dans le cadre d'un projet majeur visant à revenir sur des gisements considérés comme stériles ou à faible teneur.

Une flottation directe de l'apatite à partir de minéraux de calcite et de quartz par trois collecteurs, seuls et associés à des modificateurs a été effectuée. D'après les résultats obtenus, il a été démontré que l'oléate de sodium (NaOl) et l'ATRAC 50S sont à la fois affinés pour l'apatite et la calcite. Alors que le Phospholane PE 169 présente une affinité pour les trois minéraux.

La sélectivité de flottation d'apatite par NaOl et ATRAC 50S peut être améliorée en les combinant avec d'alginate de sodium à un pH de 9,5. En utilisant l'alginate de sodium déprimant antérieur, la récupération de l'apatite a atteint un niveau supérieur à 95% et la flottabilité de la calcite a diminué d'environ 50%.

Par contre, en ajoutant de l'éthylène glycol en tant que synergiste avec le collecteur ATRAC 50S et de l'alginate de sodium en tant que déprimant, ils ont obtenu une récupération d'apatite de 78,10%, tandis que pour la calcite et le quartz ont obtenu respectivement 23,78% et 1,47% [54].

### **3.8.9 Traitement par lixiviation**

Selon Gharabaghi et coll, il est nécessaire d'améliorer le processus de lixiviation d'une roche calcaire phosphatée de faible qualité afin d'obtenir un concentré qualifié en utilisant de l'acide acétique, avec une concentration de 15% en poids.

Ils ont obtenu le meilleur résultat en utilisant un rapport liquide/solide de 15:1, un temps de réaction optimal de 60min et une température de lixiviation de 40°C. Après lixiviation, la teneur en  $P_2O_5$  arrive à 32,1% avec une récupération de 81%.

Abu-Eishah a observé que le temps nécessaire pour lixiver les minerais de phosphate dépassait 1,2 heure. La lixiviation prolongée restreint grandement la capacité des usines et limite la production de phosphates à grande échelle. Par conséquent, les bénéfices de l'usine ont diminué [43].

Le tableau 3.3 résume les techniques d'enrichissement et leurs applications pour divers minerais de phosphate.

**Tableau 3.3.** Techniques d'enrichissement et leurs applications pour divers minerais de phosphate [43].

Méthode de séparation	Type de roche phosphaté
Flottation	Roche phosphaté siliceuse Roche phosphaté calcaire Roche phosphaté siliceuse-calcaire
Lavage par attrition et déschlammage	Minerai phosphaté argileux
Séparation gravimétrique	Roche phosphaté sédimentaire caractérisé par une texture en bande
Séparation magnétique	Minerai de phosphate contenant des gangues magnétiques
Calcination	Roche phosphaté calcaire, (Acceptable pour les zones où l'énergie est peu coûteuse et les ressources en eau limitées)
Séparation électrostatique	Roche phosphatée siliceuse à gros grains, (Il s'agit le plus souvent d'études expérimentales en laboratoire)
Lixiviation acide	Roche phosphaté calcaire, (Il s'agit le plus souvent d'études expérimentales en laboratoire).

### 3.9 Conclusion

Le choix d'une méthode d'enrichissement adéquate est une étape primordiale pour obtenir un concentré phosphaté de bonne qualité et répondre aux exigences industrielles.

Le lavage par attrition et le déschlammage ont été appliqués avec succès sur les minerais de phosphate à haute teneur, et pour éliminer les minéraux argileux ainsi que pour l'élimination de l'effet néfaste des boues sur le processus de flottation ;

La séparation gravimétrique est employée pour traiter de la roche phosphatée sédimentaire caractérisée par une texture en bande ;

La méthode magnétique pour les minerais de phosphate ayant des gangues magnétiques, la récupération du phosphate est limitée lors de la séparation magnétique, ce qui signifie que cette méthode n'est pas efficace pour enrichir les minerais de phosphate à grains fins ;

La calcination est utilisée principalement pour l'enrichissement des roches phosphatées calcaire, dans les zones où l'énergie est peu coûteuse et les ressources en eau limitées ;

La séparation électrostatique est appliquée pour la valorisation des roches phosphatées siliceuses à gros grains, cette approche est souvent restreinte par la faible capacité des séparateurs électrostatiques et n'a pas été utilisée à l'échelle industrielle ;

La lixiviation peut être utilisée pour l'enrichissement des roches phosphatées calcaires. Cette méthode s'agit le plus souvent d'études expérimentales en laboratoire, car la lixiviation prolongée restreint grandement la capacité des usines et limite la production de phosphates à grande échelle. Par conséquent, les bénéfices de l'usine ont diminué ;

La méthode combinée lavage–calcination est appliquée pour l'élimination des matières organiques et l'amélioration de la teneur en  $P_2O_5$  ;

La flottation est idéale pour traiter les roches phosphatées siliceuses, calcaire et siliceuses-calcaires.

## **Chapitre 4 : Caractérisation granulo-chimique et minéralogique des minerais phosphatés**

### **4.1 Introduction**

Le gisement de Kef Essenoun est d'origine sédimentaire, ses réserves prouvées sont estimées à 138MT[55] ; il est composé de deux types de phosphate à savoir le beige et le noir.

Le phosphate beige est composé de trois sous couches (basale, principale et sommitale), tandis que le phosphate noir est composé seulement de deux sous couches l'une principale et l'autre sommitale,

Le traitement de ces phosphates sédimentaires implique la détermination de la composition chimique exacte ainsi que les teneurs des éléments existants ; pour atteindre cet objectif une caractérisation minéralogique et granulo-chimique détaillée est effectuée par l'utilisation de différentes méthodes d'analyses à savoir :

L'étude pétrographique, le tamisage, une analyse chimique par Spectrophotométrie d'adsorption atomique (SAA), Auto analyseur (AA), Calcimètre de Bernard, Analyse par diffraction des rayons X (DRX) et l'analyse par microscope électronique à balayage et d'une spectroscopie dispersive en énergie (MEB/EDS).

### **4.2 Echantillonnage**

Le gisement de Kef Essenoun appartient au flanc sud de l'anticlinal de Djebel Onk, qui s'étend sur une superficie de plus de 2.1km<sup>2</sup>, est constitué de deux types des phosphates ; l'un beige et il est subdivisé en trois sous-couches, et l'autre est noir et subdivisé en deux sous-couches.

Le prélèvement des échantillons représentatifs est une étape primordiale permet de réaliser une caractérisation précise et par conséquent d'obtenir des résultats fiables.

A cet effet, dans cette étude on a procédé à un échantillonnage des cinq sous-couches phosphatées à savoir :

- Les trois sous-couches de phosphate beige : La sous-couche basale d'une épaisseur moyenne de 3m, la sous couche principale d'une épaisseur moyenne de 24m et la sous couche sommitale d'une épaisseur moyenne de 10m ;
- Les deux sous-couches de phosphate noir : La sous-couche principale et la sous-couche sommitale, (Figure 4.1).

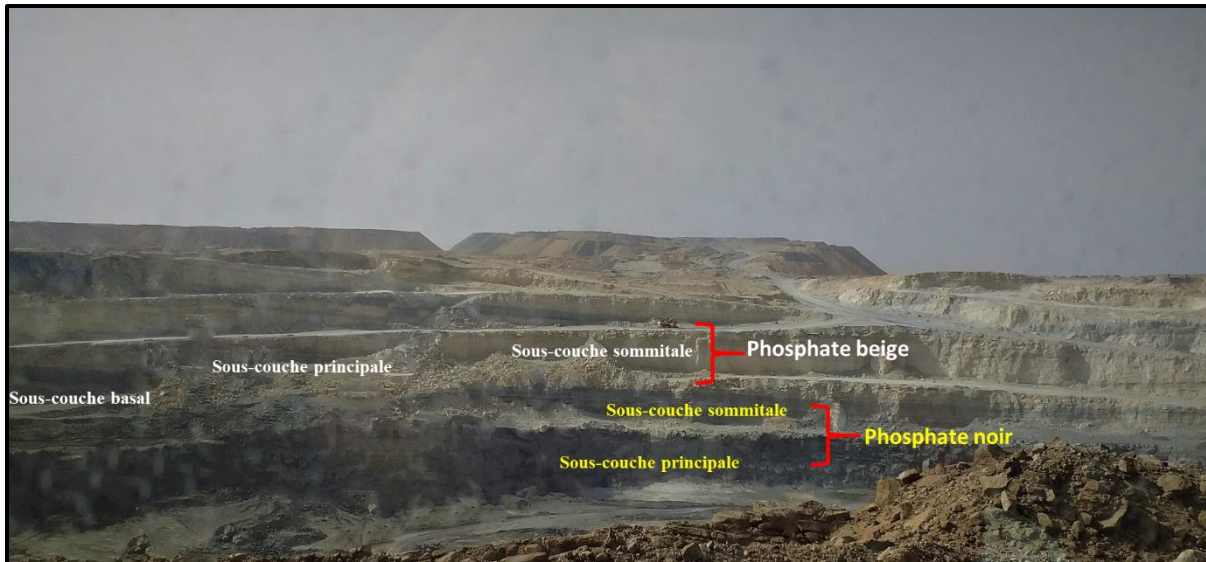


Figure 4.1. Discription des sous-couches phosphatées de gisement de Kef Essennoun.

### 4.3 Préparation mécanique des échantillons

#### 4.3.1 Concassage

Le poids des échantillons prélevés est de 100kg pour les phosphates beiges et 100kg pour les phosphates noirs. Les roches de chacune des sous-couches phosphatées ont été réduites de manière distincte, avec un concasseur à mâchoire à double effet au laboratoire de préparation mécanique du département des Mines - UBMA -.

Les roches entrant au concasseur avaient un diamètre de 7 à 8 cm, tandis que le produit sortant avait un diamètre de 2 à 3 mm.

Par la suite, chacun des produits concassés a été soumis à des opérations successives d'homogénéisation et de quartage, dont le but d'obtenir deux échantillons représentatifs de minerai, l'un est destiné aux analyses chimiques et l'autre est soumis à une opération de tamisage.



Figure 4.2. Concasseur à mâchoire à double effet Figure 4.3. Opération de quartage.

### **4.3.2 Analyse granulométrique**

Le tamisage vise à classer les grains de minerai en fonction de leurs tailles et à évaluer le degré de libération des particules du minerai par la suite.

Le poids des échantillons qui traversent les mailles des tamis s'appelle : un tamisat, tandis que celle qui reste au-dessus est appelé un refus.

La série des tamis utilisée est : 4mm ; 2mm ; 1mm ; 500 $\mu$ m, 250 $\mu$ m ; 125 $\mu$ m ; 0.063 $\mu$ m ; 0.045 $\mu$ m.

Le temps de tamisage et l'amplitude de vibration ont été ajustés en fonction de la quantité et la fragilité du minerai ; les valeurs sélectionnées sont les suivantes : Amplitude : 60Hz/min ; Temps : 15 minutes.



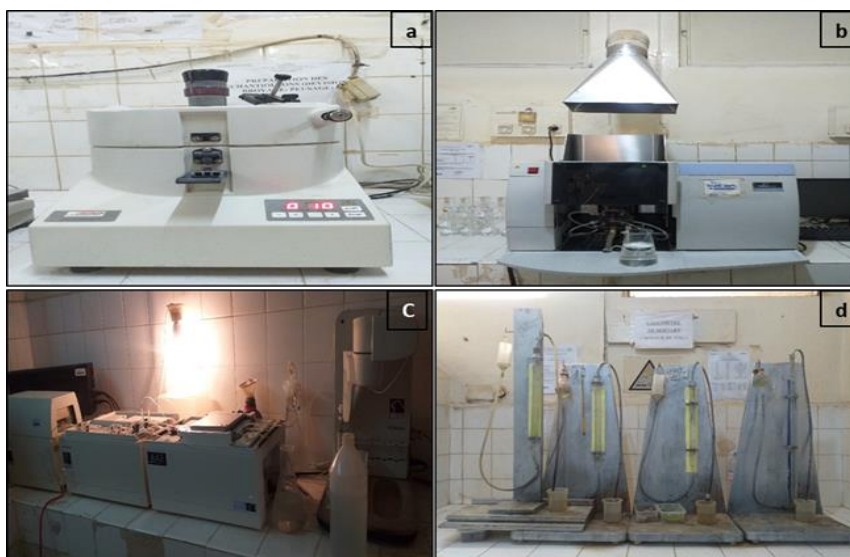
**Figure 4.4.** Tamiseuse électro-vibrante, LAVAMINE-UBMA.

### **4.3.3 Analyses chimiques**

La détermination des teneurs en éléments majeurs ( $P_2O_5$ , MgO, CaO,  $CO_2$ ) dans chaque sous-couche mentionnée précédemment est effectuée à l'aide d'un ensemble d'analyses chimiques au niveau de laboratoire du complexe minier de Djebel Onk, Tébessa. Un broyeur en mortier est utilisé pour avoir une granulométrie adaptée aux analyses chimiques (<80 $\mu$ m).

Afin de déterminer les teneurs en éléments majeurs différents types d'appareils ont été utilisés, à savoir :

- Spectrophotométrie d'adsorption atomique (SAA) pour la détermination des teneurs en oxyde de magnésium (MgO) ;
- Auto analyseur(AA) pour déterminer les teneurs en  $P_2O_5$  et en CaO ;
- Calcimetre de Bernard est utilisé pour évaluer les teneurs en dioxyde de carbone ( $CO_2$ ).Ces appareils sont illustrés dans la figure 4.5.



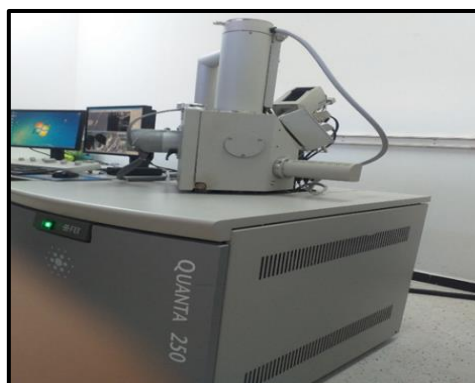
**Figure 4.5.a** : Broyeur en mortier, **b** : Spectrophotométrie d'adsorption atomique(SAA),  
**c** : Auto analyseur(AA), **d** : Calcimetre de Bernard.

#### 4.3.4 Analyse par diffraction des rayons X

On se sert de la diffraction de rayons X pour identifier les diverses phases minérales et évaluer la qualité cristalline des échantillons. Les photons X sont diffusés par les charges électroniques autour des noyaux atomiques et aussi par les électrons libres, ce qui intervient dans les spectres DRX [56]. L'analyse des échantillons phosphatés est effectuée à l'aide d'un diffractomètre (OLYMPUS BTX-716 Benchtop XRD), équipé d'un rayonnement Cu-Ka ( $\lambda=1.540598 \text{ \AA}$ ), fonctionne à une tension de 40KV et un courant de 30mA ; support et balayé de  $0^\circ$  à  $55^\circ$  (plage d'angle de  $20^\circ$ ), une vitesse de balayage de  $2^\circ/\text{min}$ .

#### 4.3.5 Analyse par MEB/EDS

Le microscope électronique à balayage/spectroscopie à dispersion d'Énergie de rayons X (MEB/EDS) est un instrument permettant d'analyser la composition chimique et de déterminer la morphologie des microstructures [57]. Ce type d'analyse est réalisé dans un microscope : QUANTA 250 (Figure 4.6), au niveau de Ex-école National Supérieure des Mines et Métallurgie -Annaba.



**Figure 4.6.** Microscopie électronique à balayage QUANTA 250.

## 4.4 Résultats de caractérisation des phosphates beiges

### 4.4.1 Résultats de caractérisation des échantillons de différentes sous-couches

#### 4.4.1.1 Etude pétrographique

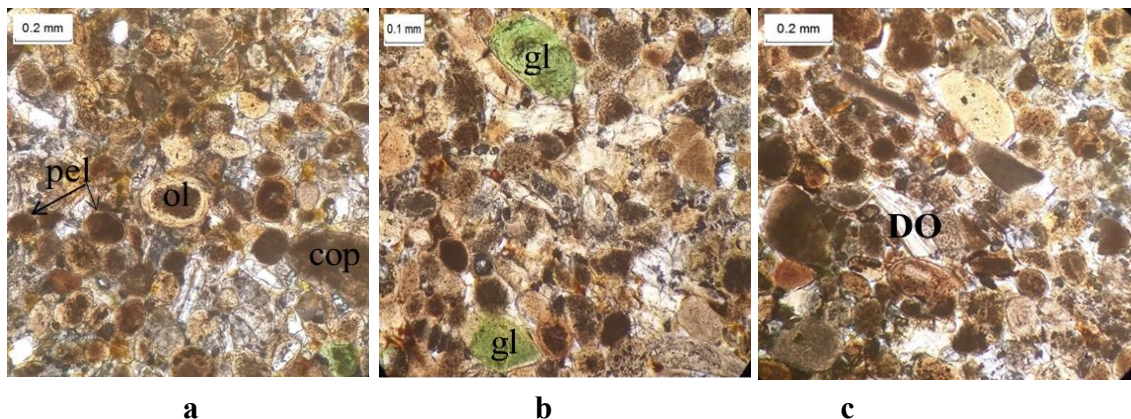
La pétrographie des phosphates dans le gisement de Kef Essenoun a été minutieusement étudiée à travers l'examen microscopique des lames minces des échantillons prélevés à différents niveaux stratigraphiques du gisement (sous-couches : basale, principale et sommitale). Cette analyse a permis d'identifier et de caractériser les principaux éléments phosphatés présents dans ces faciès. Les résultats suivants sont obtenus à partir de l'observation microscopique des lames minces :

Au sein des phosphates beiges (Figure 4.7), on observe une composition fragile ou friable, caractérisée par un ciment carbonaté et une faible teneur en matière organique.

Les grains de phosphate homogènes, d'environ 0,25mm, représentent environ 50% de la matrice totale. Cette matrice intègre une diversité de grains, y compris des matières organiques, des coprolithes, de la glauconie et des pellets.

Un remplissage calcitique tardif est également présent, avec certains grains cimentés par un ciment sparitique et d'autres par un ciment micro-sparitique. La matière organique se distingue par sa teinte noire, tandis que la glauconie est identifiable par sa couleur verte et sa petite taille.

Les coprolithes varient en forme et en taille, allant de cylindriques à irréguliers, et mesurant entre 50 et 150µm. Les pellets, de forme ovale et arrondie, ont des dimensions comprises entre 40 et 70µm.



**Figure 4.7. a-b-c :** Aspect des minéraux à ciment sparitaire de nature calcitique dans le faciès des phosphates beiges, LPNA X10. (cop) : Coprolithe ; (Pel) : Pellet ; (gl) : Glauconie ; (ol) : oolite, (DO) : Débris Osseux.

#### 4.4.1.2 Résultats d'analyses granulo-chimiques

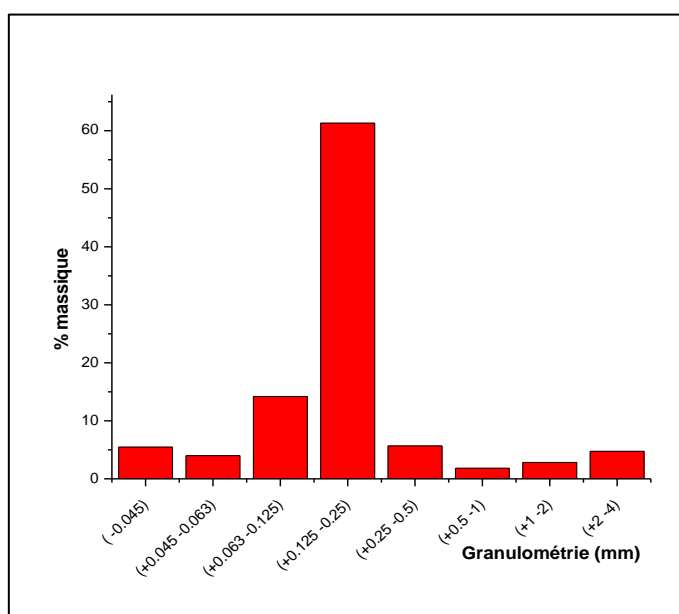
##### 4.4.1.2.1 Analyses granulo-chimiques de la sous-couche basale

Les résultats de l'analyse granulométrique des échantillons de phosphate beige de la sous-couche basale sont montrés dans le tableau suivant :

**Tableau 4.1.** Résultats d'analyse granulométrique des échantillons de la sous-couche basale.

Mailles des tamis (mm)	Masse (g)	Rendements (%)		
		Massique	Tamisat	Refus
- 4 +2	40.24	4.73	100	4.73
-2 +1	24.02	2.83	95.27	7.56
-1 +0.5	15.51	1.82	92.44	9.38
-0.5 +0.25	48.07	5.66	90.62	15.04
-0.25 +0.125	521.16	61.31	84.96	76.35
-0.125 +0.063	120.61	14.19	23.65	90.54
-0.063 +0.045	34	4	9.46	94.54
-0.045	46.39	5.46	5.46	100
Somme	850	100		

L'histogramme suivant illustre la variation des rendements pondéraux en fonction des tranches granulométriques.



**Figure 4.8.** Variation des rendements pondéraux en fonction des tranches granulométriques (sous-couche basale).

Les résultats d'analyses chimiques des échantillons de la sous-couche basale des phosphates beiges sont montrés dans le tableau 4.2.



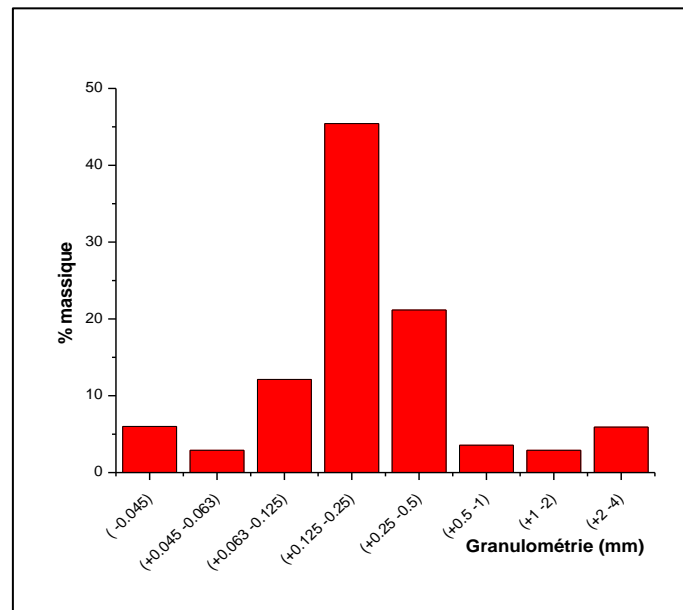
#### 4.4.1.2.2 Analyses granulo-chimiques de la sous-couche principale

Les résultats d'analyse granulométrique des échantillons de phosphate de la sous-couche principale sont montrés dans le tableau suivant :

**Tableau 4.3.** Résultats d'analyse granulométrique des échantillons de la sous-couche principale.

Mailles des tamis, (mm)	Masse, (g)	Rendements, %		
		Massique	Tamisat	Refus
-4 +2	50.35	5.92	100	5.92
-2 +1	24.56	2.90	94.08	8.82
-1 +0.5	30.30	3.56	91.18	12.38
-0.5 +0.25	179.88	21.16	87.62	33.54
-0.25 +0.125	386.11	45.42	66.46	78.96
-0.125 +0.063	103.11	12.13	21.04	91.09
-0.063 +0.045	24.76	2.91	8.91	94
-0.045	50.93	6	6	100
Somme	850	100		

L'histogramme suivant illustre la variation des rendements pondéraux en fonction des tranches granulométriques.



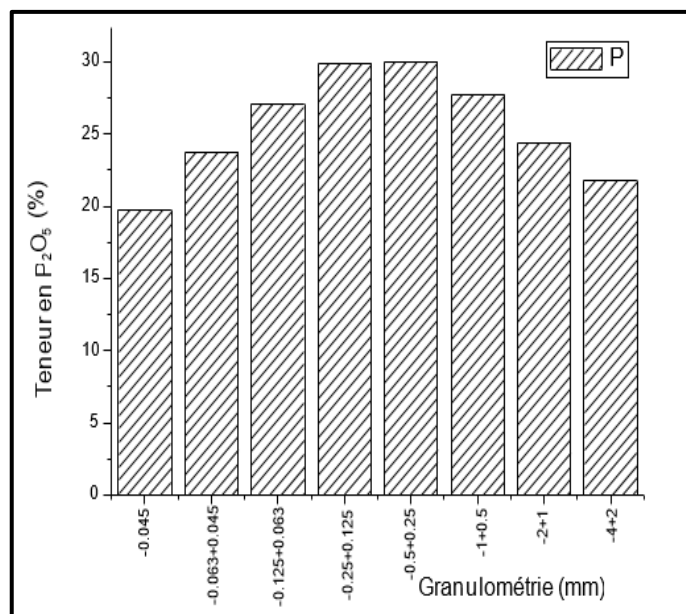
**Figure 4.10.** Variation des pourcentages massiques en fonction de la granulométrie (sous-couche principale).

Les résultats d'analyses chimiques des échantillons de phosphate de la sous-couche principale sont montrés dans le tableau 4.4.

**Tableau 4.4.** Résultats d'analyses chimiques par tranche des échantillons de la sous- couche principale.

Mailles des tamis, mm	Teneurs,%			
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>
-4 +2	21.84	3.65	36.04	13.38
-2 +1	24.44	2.32	40.33	8.37
-1 +0.5	27.76	1.82	45.8	8.7
-0.5 +0.25	30.02	0.96	49.53	6.89
-0.25 +0.125	29.92	1.09	49.37	6.92
-0.125 +0.063	27.07	1.99	44.67	10.04
-0.063 +0.045	23.76	2.82	39.20	10.71
-0.045	19.79	2.32	32.65	8.37
Teneur globale	27.91	4.48	46.05	8.40

L'histogramme suivant illustre la variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction des tranches granulométriques.



**Figure 4.11.** Variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction des ouvertures des mailles (sous-couche principale).

Les résultats d'analyse granulo-chimique des phosphates de la sous-couche principale illustrés dans les tableaux et figures ci-dessus montrent que les tranches granulométriques (-0.5mm +0.25mm) ; (-0.25mm +0.125mm) ; (-0.125mm +0.063mm) sont riches en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (30.02%, 29.92%, et 27.07% respectivement), avec des rendements pondéraux élevés arrivant jusqu'à 45.42% dans la tranche (-0.25mm +0.125mm).

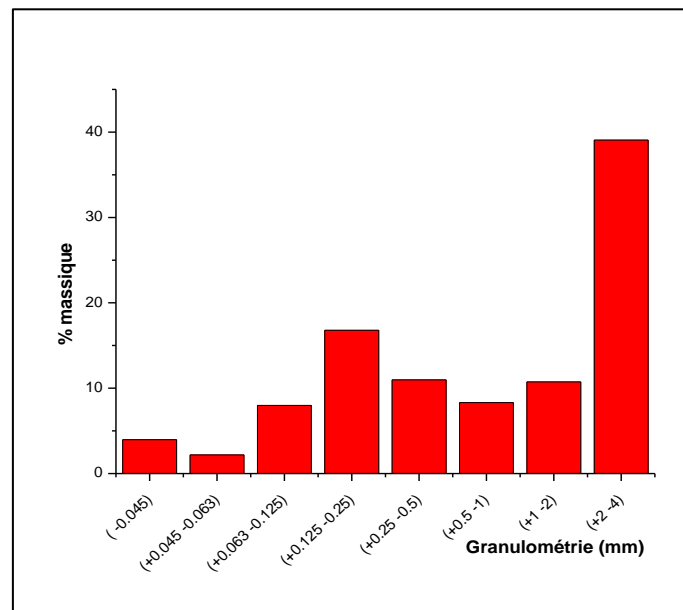
#### 4.4.1.2.3 Analyses granulo-chimiques de la sous-couche sommitale

Les résultats d'analyse granulométrique des échantillons de phosphate de la sous-couche sommitale sont montrés dans le tableau suivant :

**Tableau 4.5.** Résultats d'analyse granulométrique des échantillons de la sous-couche sommitale.

Mailles des tamis, (mm)	Masse, (g)	Rendements, %		
		Massique	Tamisat	Refus
-4 +2	332.09	39.07	100	39.07
-2 +1	91.33	10.74	60.93	49.81
-1 +0.5	70.64	8.31	50.19	58.12
-0.5 +0.25	93.34	10.98	41.88	69.1
-0.25 +0.125	142.64	16.78	30.9	85.88
-0.125 +0.063	67.87	7.98	14.12	93.86
-0.063 +0.045	18.48	2.18	6.14	96.04
-0.045	33.63	3.96	3.96	100
Somme	850	100		

L'histogramme suivant illustre la variation des rendements pondéraux en fonction des tranches granulométriques :



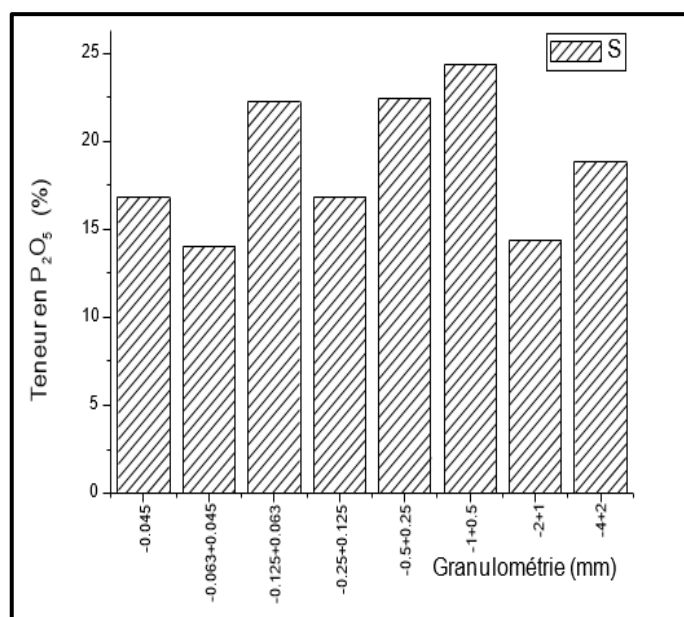
**Figure 4.12.** Variation des pourcentages massiques en fonction de la granulométrie (sous-couche sommitale).

Les résultats d'analyses chimiques des échantillons de phosphate de la sous-couche sommitale sont montrés dans le tableau 4.6.

**Tableau 4.6.** Résultats d’analyses chimiques par tranche des échantillons de la sous- couche sommitale.

Mailles des tamis, mm	Teneurs,%			
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>
-4 +2	18.86	4.64	31.12	21.75
-2 +1	14.4	5.14	23.76	20.08
-1 +0.5	24.4	3.32	40.26	15.06
-0.5 +0.25	22.43	3.82	37.01	12.71
-0.25 +0.125	16.84	4.97	27.79	15.06
-0.125 +0.063	22.28	4.42	36.76	20.75
-0.063 +0.045	14.06	5.14	23.20	23.42
-0.045	16.87	4.81	27.84	19.07
Teneur globale	18.44	1.39	30.43	20.08

L’histogramme suivant illustre la variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction des tranches granulométriques :



**Figure 4.13.** Variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction des ouvertures des mailles (sous-couche sommitale).

Les résultats d’analyse granulométrique et d’analyses chimiques présentés dans les tableaux 4.5, 4.6 et les figures 4.12, 4.13 montrent que :

- La tranche granulométrique (-4mm +2mm) de la sous-couche sommitale présente un poids pondéral élevé de 39.07% ;
- La teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dans cette sous-couche est considérable dans les tranches : (-0.5mm +0.25mm) et (-0.125mm +0.063mm) de 22.43% et 22.28% respectivement ; tandis que les teneurs en MgO et en CO<sub>2</sub> sont élevées ce qui confirme que cette sous-couche est dolomitique.

### 4.4.1.3 Diffraction des rayons X

Les résultats d'analyse par DRX des échantillons de trois sous couches de phosphate beige sont illustrés dans les figures suivantes :

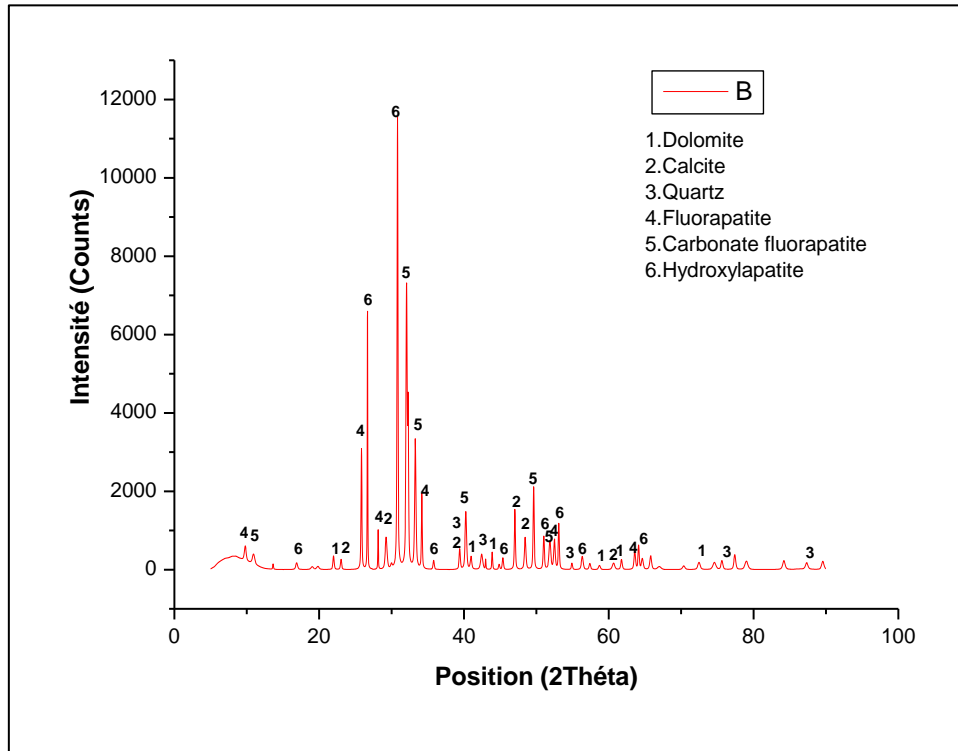


Figure 4.14. Résultats de DRX de la sous-couche basale.

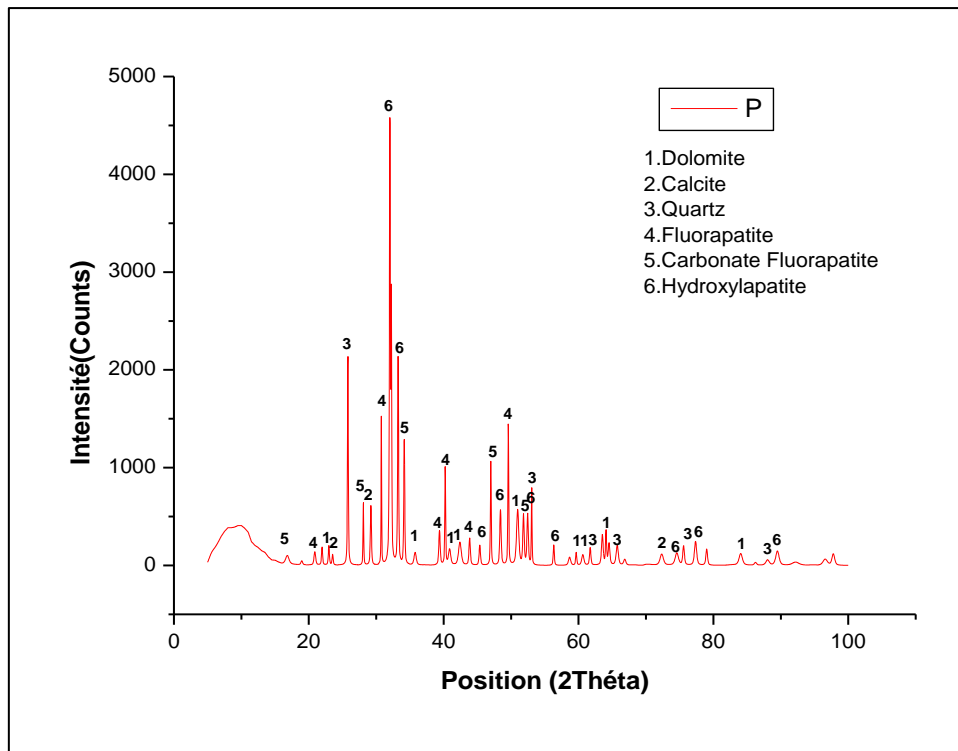
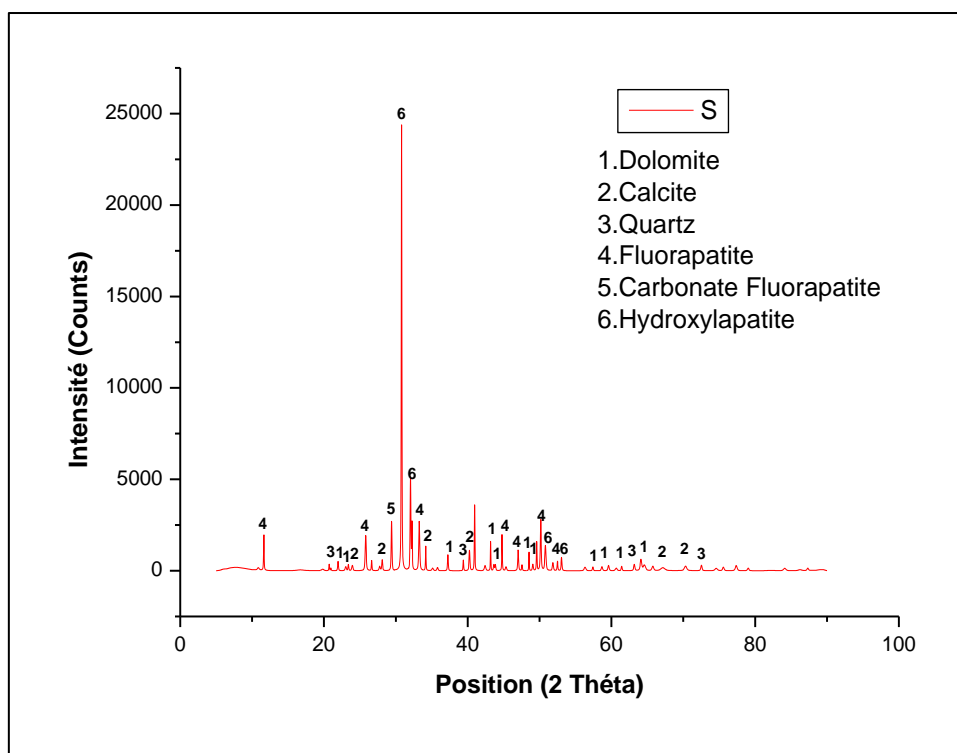


Figure 4.15. Résultats de DRX de la sous-couche principale.



**Figure 4.16.** Résultats de DRX de la sous-couche sommitale.

L'analyse des échantillons phosphatés provenant du gisement de Kef Essenoun à l'aide de la diffraction des rayons X permet de constater que le minerai de ce gisement est associé à la famille des apatites à savoir : le fluorapatite, Hydroxylapatite, carbonatefluorapatite, qui sont considérés comme des minéraux utiles, tandis que les minéraux inutiles sont : La calcite, la dolomite et le quartz.

#### 4.4.2 Résultats de caractérisation des échantillons de mélange des sous-couches beiges

##### 4.4.2.1 Analyses granulo-chimiques

Le mélange des trois sous couches de phosphate beige (basale, principale et sommitale) a subi une analyse granulométrique et une analyse chimique, les résultats sont présentés dans les tableaux (4.7, 4.8) respectivement.

**Tableau 4.7.** Résultats d'analyse granulométrique de mélange des sous-couches beiges.

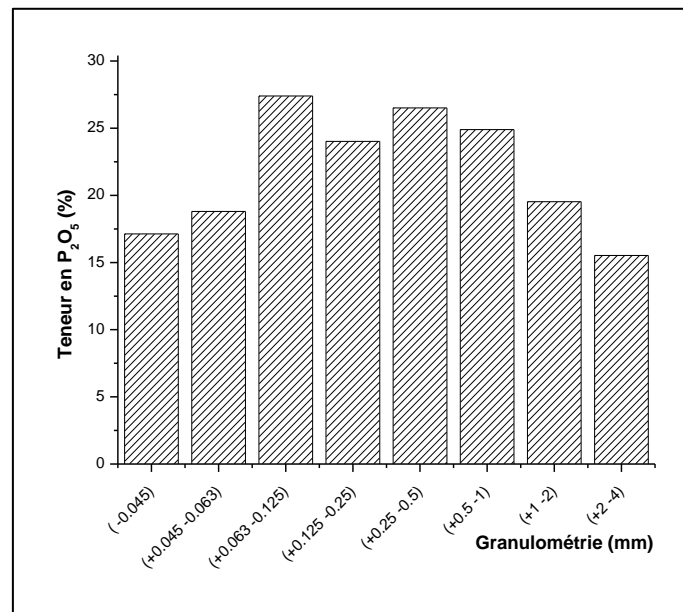
Granulométrie, mm	Masse, g	Masse,%	Tamisat,%	Refus,%
-4 +2	61.06	8.72	100	8.72
-2 +1	59.04	8.43	91.28	17.15
-1 +0.5	147.94	21.13	82.85	38.28
-0.5 +0.25	39.79	5.70	61.72	43.98
-0.25 +0.125	200.20	28.6	56.02	72.58
-0.125 +0.063	86.12	12.30	27.42	84.88
-0.063 +0.045	45.66	6.52	15.12	91.40
-0.045	60.19	8.60	8.60	100
Somme	700	100		

**Tableau 4.8.** Résultats d’analyses chimiques de mélange des sous-couches beiges.

Granulométrie, mm	Teneurs, %			
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>
-4 +2	15.53	3.75	25.62	19.93
-2 +1	19.53	3.48	32.22	14.29
-1 +0.5	24.90	2.21	41.09	10.96
-0.5 +0.25	26.51	2.62	43.74	9
-0.25 +0.125	24.02	1.97	39.63	8.31
-0.125 +0.063	27.40	2.80	45.21	9.97
-0.063 +0.045	18.80	3.52	31.02	15.61
-0.045	17.13	3.30	28.26	12.62
Teneur globale	24.58	2.98	40.56	12.05

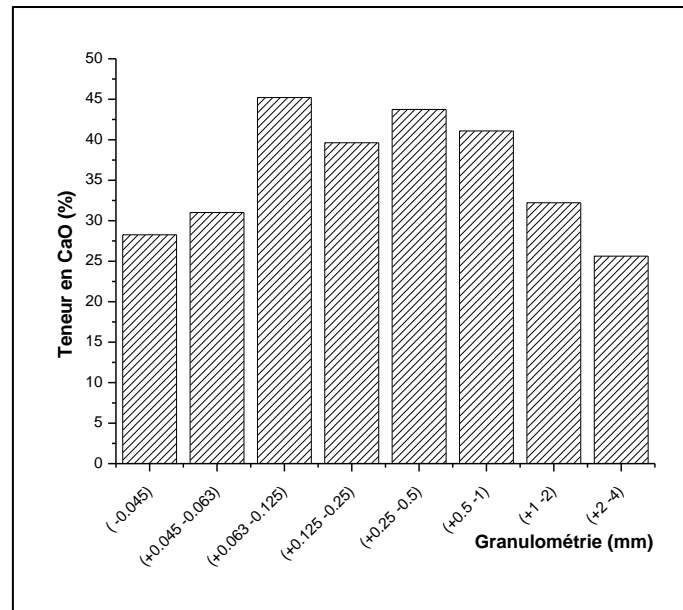
L’analyse granulométrique du mélange des trois sous-couches de phosphates beiges montre que la tranche (-0.25mm +0.125mm) se distingue par le grand pourcentage massique de 28.6%.

La caractérisation chimique montre que la teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> augmente progressivement avec l’augmentation de la granulométrie jusqu’à atteindre des valeurs maximales de 26.51%, 24.02%, 27.40% respectivement dans les trois tranches :(-0.5mm +0.25mm), (-0.25mm +0.125mm), (-0.125mm +0.063mm), (Figure 4.17).



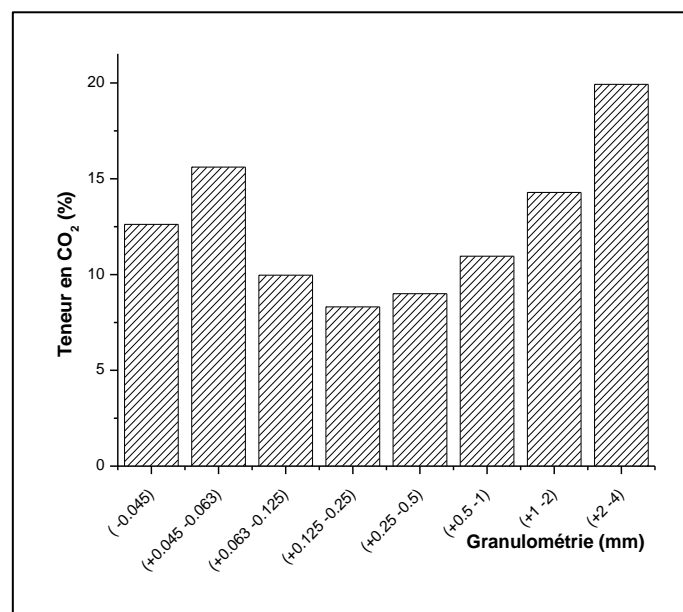
**Figure 4.17.** Variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction de la granulométrie d’échantillon de mélange beige.

On constate que les teneurs en CaO ont la même évolution que teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, comme il est montré dans la figure 4.18.



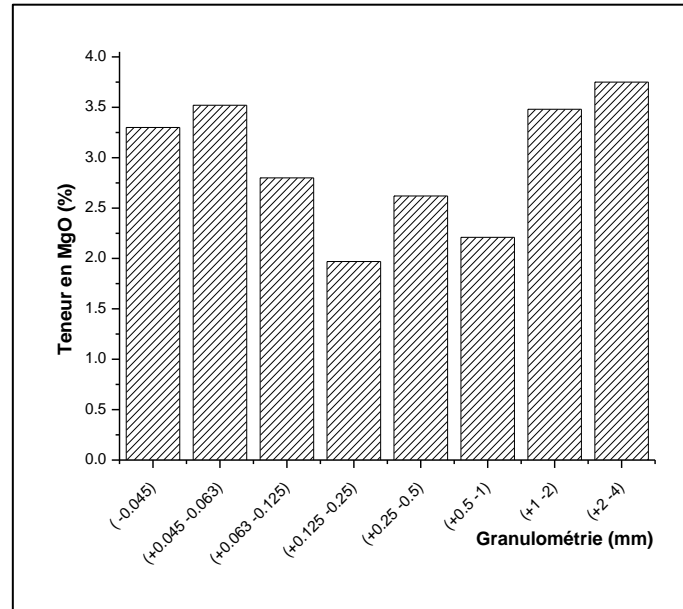
**Figure 4.18.** Variation des teneurs en CaO en fonction de la granulométrie de d'échantillon de mélange beige.

On remarque qu'avec une augmentation de granulométrie les teneurs en  $\text{CO}_2$  sont diminuées progressivement jusqu'à atteindre des baisses de valeurs dans les tranches :(-0.5mm +0.25mm); (-0.25mm +0.125mm) ;(-0.125mm +0.063mm), les teneurs en  $\text{CO}_2$  dans ces trois tranches sont : 9.00%, 8.31%, 9.97% respectivement. La figure suivante montre la variation des teneurs en  $\text{CO}_2$  en fonction de la granulométrie.



**Figure 4.19.** Variation des teneurs en  $\text{CO}_2$  en fonction de la granulométrie d'échantillon de mélange beige.

La figure 4.20 montre l'évolution des teneurs en oxyde de magnésium en fonction de la granulométrie des échantillons ; d'après cette figure on observe une diminution progressive des teneurs en MgO jusqu'à atteindre une valeur minimale de 1.97% dans la tranche (-0.25mm +0.125mm), tandis que les tranches : (+2mm), (-2mm +1mm), (-0.063mm +0.045mm), (-0.045mm) présentent des teneurs très élevées en oxyde de magnésium.



**Figure 4.20.** Variation des teneurs en MgO en fonction de la granulométrie d'échantillon de mélange beige.

D'après les résultats de L'analyse granulo-chimique de chaque sous-couche phosphatée, ainsi que les résultats de l'analyse granulo-chimique du mélange des trois sous-couches on peut confirmer que le minerai phosphaté beige est bien libéré dans les trois tranches :(-0.5mm +0.25mm) (-0.25mm +0.125mm) et (-0.125mm +0.063mm). L'analyse chimique des éléments majeurs dans ces trois tranches révèle une teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 25.8%, en MgO de 4.43% et en CO<sub>2</sub> de 9.49%.

#### 4.4.2.2 Résultats d'analyse par diffraction des rayons X

L'utilisation de ce type d'analyse permet de déterminer les minéraux existants dans le mélange des sous-couches beiges, les échantillons sont composés principalement des minéraux d'apatite :

- Carbonatefluorapatite (Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>5</sub>CO<sub>3</sub>F<sub>1.5</sub>(OH)<sub>0.5</sub> ;
- Fluorapatite (Ca<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>F) ;
- hydroxylapatite Ca<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>(OH).

Ainsi que les minéraux de gangue :Dolomite CaMg(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>;Calcite CaCO<sub>3</sub>;Quartz SiO<sub>2</sub>.

Les résultats d'analyse par DRX du mélange des trois sous couches de phosphate beige sont présentés dans la figure 4.21.

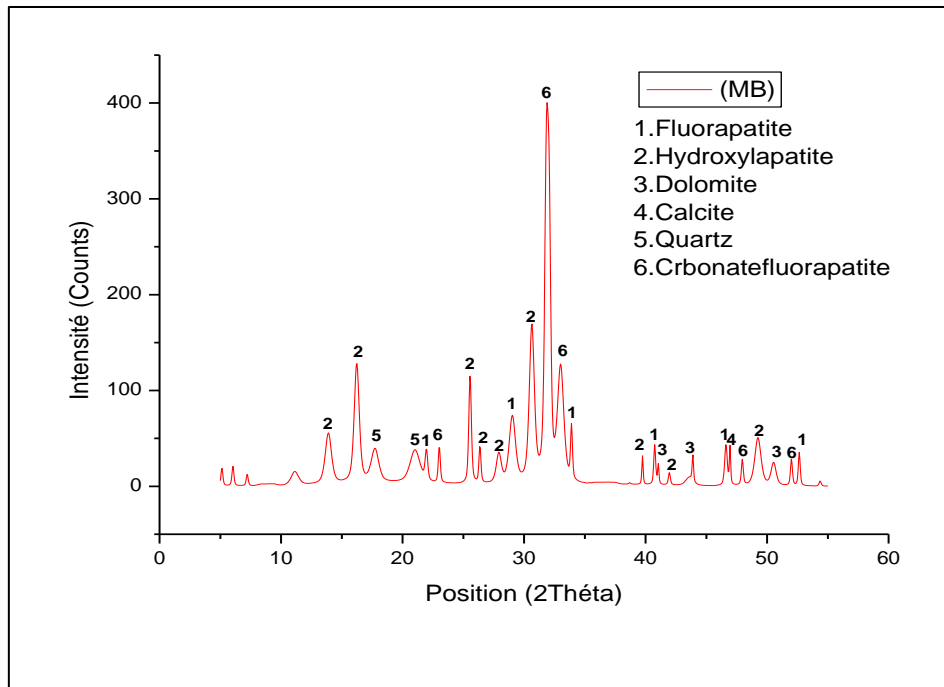


Figure 4.21. Résultats de DRX de mélange des sous-couches beiges.

#### 4.4.2.3 Résultats d'analyse par MEB/EDS

L'utilisation d'un microscope électronique à balayage et d'une spectroscopie dispersive en énergie permet d'une part d'identifier les différentes phases minéralogiques présentées dans le phosphate beige à savoir : les pellets de forme ovale et arrondie et les coprolithes de forme cylindrique à allongé ainsi que les cristaux de dolomie et les débris osseux, et d'autre part il permet de bien déterminer et préciser les teneurs des éléments chimiques existants (P, Si, Mg, Al, Na, F, C, O, S, Ca), (Annexe A). Les échantillons de phosphate beige caractérisés par ce type d'appareil d'analyse ont une granulométrie de (-500 $\mu$ m +63 $\mu$ m).

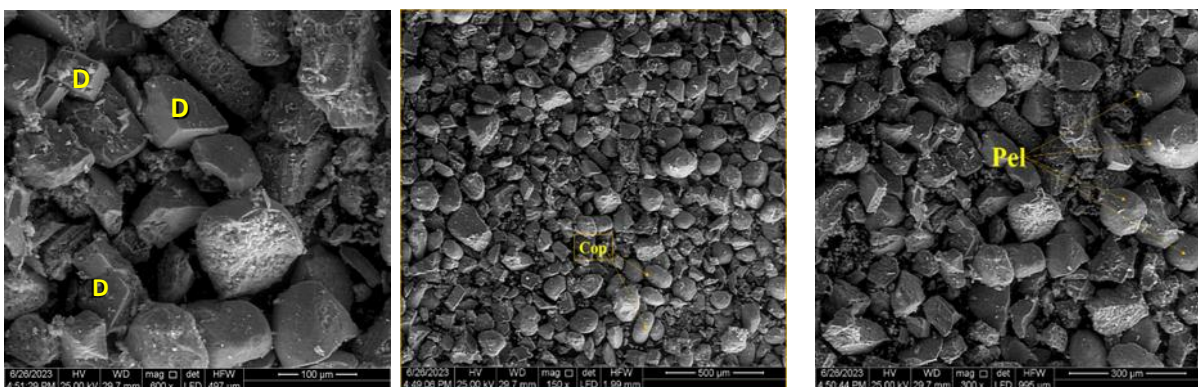


Figure 4.22. Observation des grains de mélange beige sous un microscope électronique à balayage (D : Dolomite ; Cop : coprolithe ; Pel : pellet).

L'analyse par EDS est illustrée dans la planche suivante :

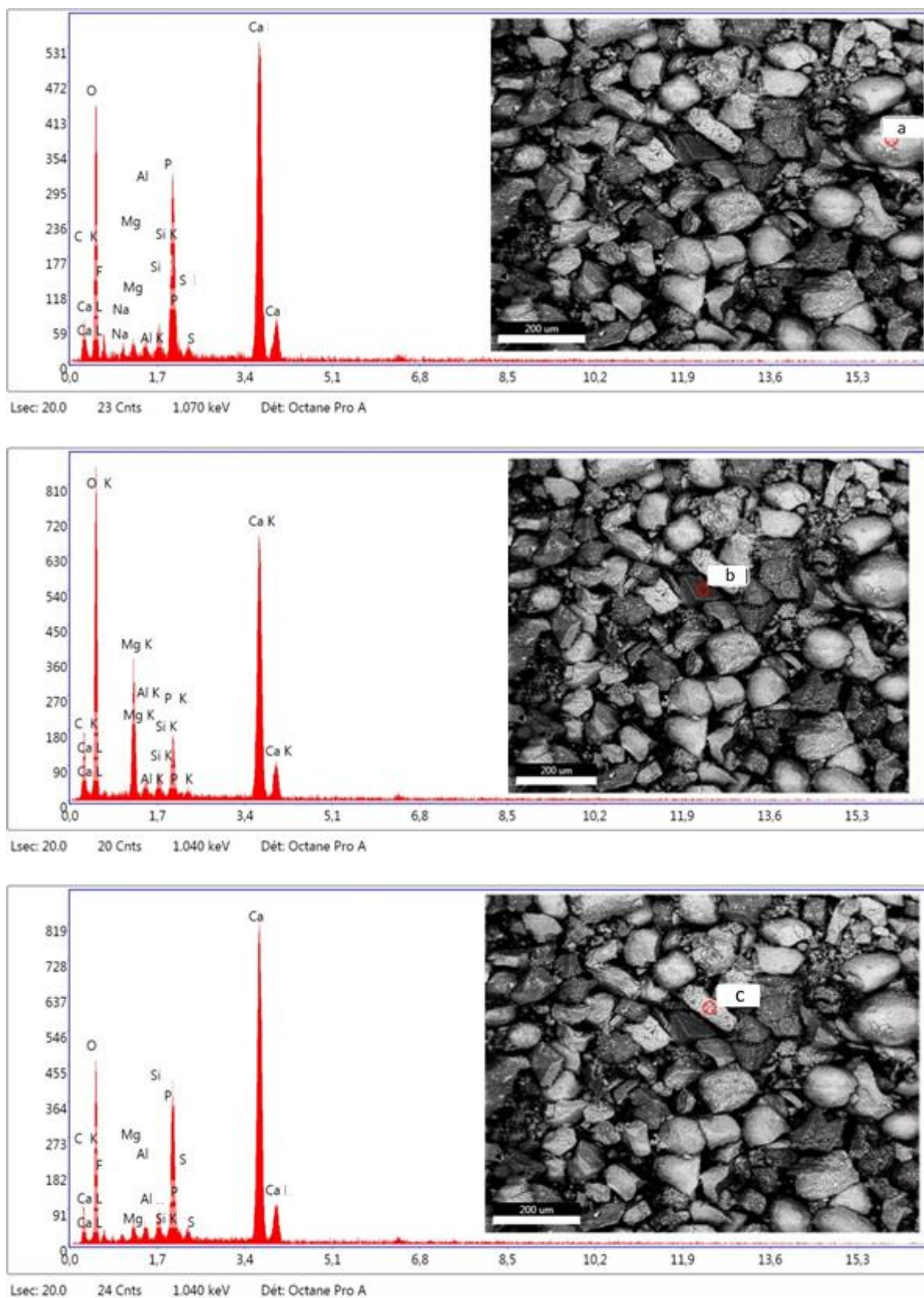


Figure 4.23. Résultats du EDS (a : pellet ; b : dolomite ; c : débris osseux).

## 4.5 Résultats de Caractérisation des phosphates noirs

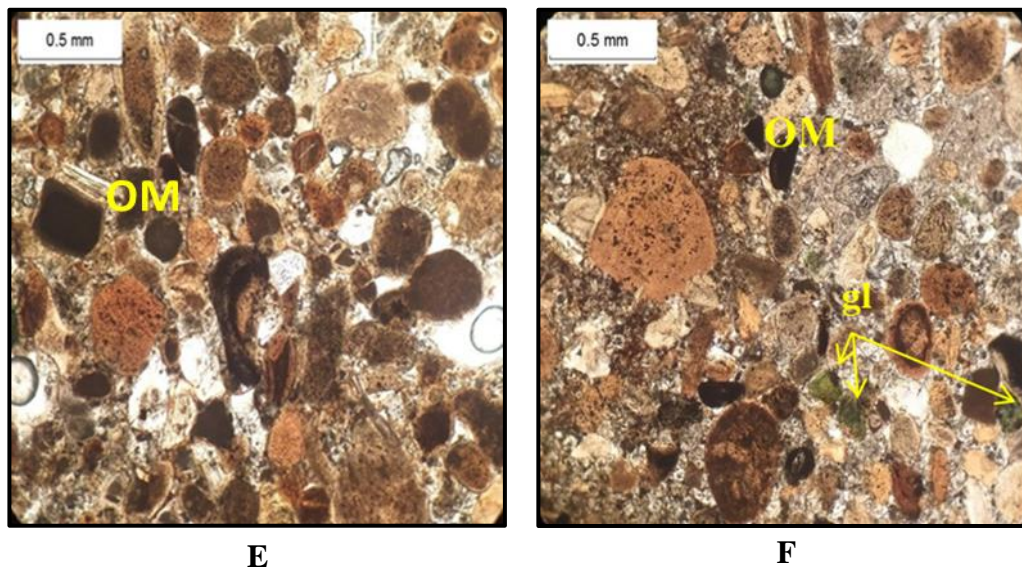
### 4.5.1 Résultats de caractérisation des échantillons de différentes sous-couches noires

#### 4.5.1.1 Etude pétrographique

Les observations microscopiques des lames minces montrent que les phosphates noirs (Figure 4.24) présentent une teinte gris sombre due à la présence de matière organique et d'éléments phosphatés.

Les faciès de phosphate noir (sommitale et principale) comprennent des pellets arrondis, des coprolithes, et des grains de glauconie. Les éléments présents, de diverses tailles et formes, sont cimentés par des ciments sparitiques et micro-sparitiques.

Les matières organiques conservent une couleur noire, les coprolithes, de forme automorphe à cylindrique ou allongée, varient en taille de 50 $\mu$ m à 1mm. La glauconie, de couleur verte et de forme ovoïdale, mesure environ 50 $\mu$ m. Les pellets, de petite taille, complètent cette composition.



**Figure 4.24.** Observation microscopique des minéraux phosphatés noirs étudiés ; **E-F** : minéraux à granulométrie hétérogène dans le faciès des phosphates noirs, LPNA X 5.(gl) : Glauconie ; (OM) : matière organique.

La sous couche sommitale (Figure 4.25) se distingue par une concentration élevée en ciment dolomitique par rapport aux grains de phosphate. Cette caractéristique confère au faciès une consistance plus dure et compacte.



Figure 4.25. Observation microscopique de phosphate noir dolomitique.

#### 4.5.1.2 Analyses granulo-chimiques

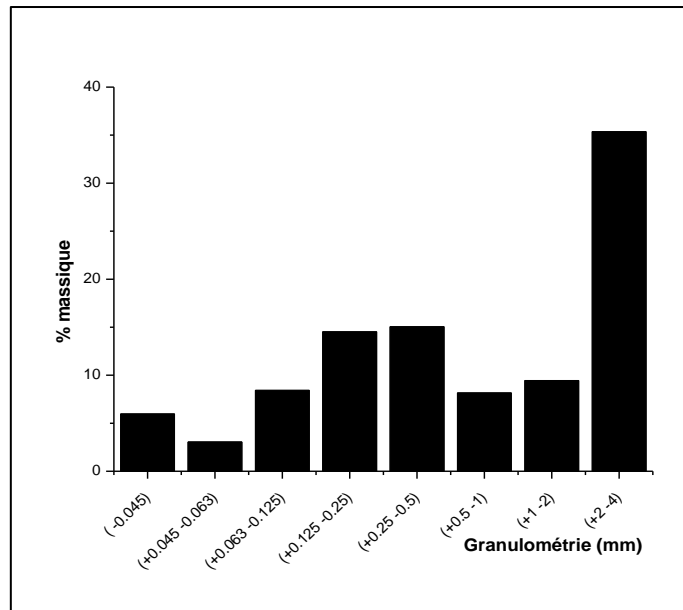
##### 4.5.1.2.1 Analyses granulo-chimiques de la sous-couche sommitale des phosphates noirs

Les résultats d'opération de tamisage des échantillons de la sous-couche sommitale de phosphate noir sont illustrés dans le tableau 4.9 suivant :

Tableau 4.9. Résultats d'analyse granulométrique des échantillons de la sous-couche sommitale noire.

Mailles des tamis, (mm)	Masse, (g)	Rendements, %		
		Massique	Tamisat	Refus
-4 +2	300.55	35.36	100	35.36
-2 +1	80.32	9.45	64.64	44.81
-1 +0.5	69.37	8.16	55.19	52.97
-0.5 +0.25	127.93	15.05	47.03	68.02
-0.25 +0.125	123.5	14.53	31.98	82.55
-0.125 +0.063	71.67	8.43	17.45	90.98
-0.063 +0.045	25.93	3.05	9.02	94.03
-0.045	50.73	5.97	5.97	100
Somme	850	100		

Les résultats de l'analyse granulométrique montrent que la tranche (-4mm +2mm) est caractérisée le plus grand pourcentage massique de 35.36%, tandis que les trois tranches : (-0.5mm +0.25mm), (-0.25mm +0.125mm) et (-0.125mm +0.063 mm) présentent des pourcentages massiques considérables de : 15.05%, 14.53% et 8.43%, respectivement (Figure 4.26).



**Figure 4.26.** Histogramme de variation des pourcentages massiques des phosphates noirs en fonction de la granulométrie (sous-couche sommitale).

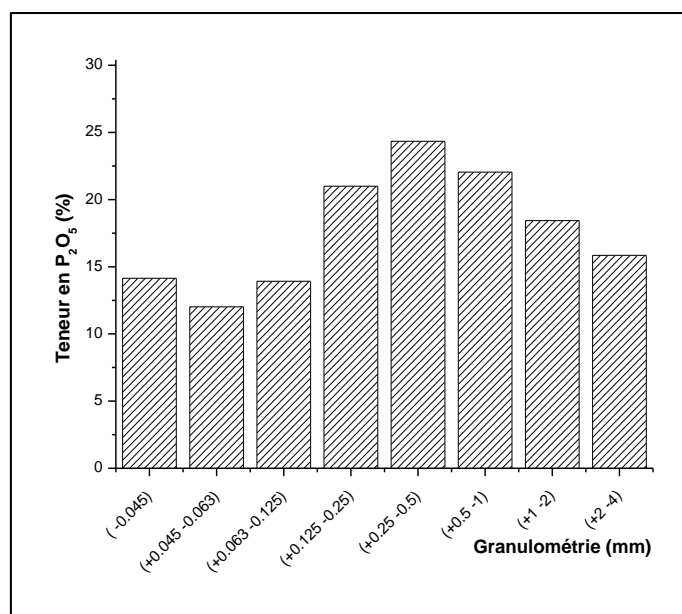
Les résultats d'analyses chimiques de la sous-couche sommitale de phosphate noir sont illustrés dans le tableau 4.10.

**Tableau 4.10.** Résultats d'analyses chimiques des échantillons de la sous-couche sommitale noire.

Mailles des tamis, mm	Teneurs,%			
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>
-4 +2	15.85	4.97	26.15	23.42
-2 +1	18.44	4.64	30.43	22.60
-1 +0.5	22.05	4.15	36.38	15.06
-0.5 +0.25	24.34	3.32	40.16	12.05
-0.25 +0.125	21.00	4.31	34.65	17.06
-0.125 +0.063	13.92	5.31	22.97	25.10
-0.063 +0.045	12.02	5.47	19.83	28.44
-0.045	14.14	5.14	23.33	21.75
Teneur globale	19.57	4.64	32.29	18.40

L'analyse chimique prouve que le phosphate de la sous-couche sommitale est riche en oxyde de magnésium avec des valeurs arrivent jusqu'à 5.47% dans la tranche (-0.063mm +0.045mm) et également riche en dioxyde de carbone avec une teneur de 25.10% dans la tranche (-0.125mm +0.063mm) ; les tranches de cette sous-couche ont une faible teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sauf pour la tranche (-0.5mm +0.25mm) qui a une teneur considérable de 24.34% en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et la tranche (-0.25mm +0.125mm) avec 21% en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

L'historgramme (Figure 4.27) illustre la variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dans l'échantillon de la sous-couche sommitale.



**Figure4.27.** Histogramme de variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> des phosphates noirs en fonction de la granulométrie (sous-couche sommitale).

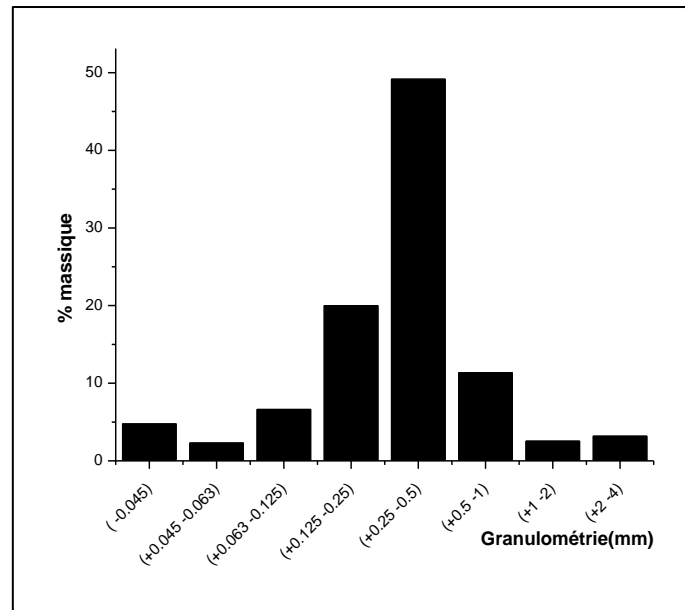
#### 4.5.1.2.2 Analyses granulo-chimiques de la sous-couche principale des phosphates noirs

Les résultats d'analyse granulométrique des échantillons de phosphate noir de la sous-couche principale sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau 4.11.** Résultats d'analyse granulométrique des échantillons de la sous-couche principale noire.

Mailles des tamis, (mm)	Masse, (g)	Rendements, %		
		Massique	Tamisat	Refus
-4 +2	27.09	3.19	100	3.19
-2 +1	21.69	2.55	96.81	5.74
-1 +0.5	96.58	11.36	94.26	17.1
-0.5 +0.25	418.03	49.18	82.9	66.28
-0.25 +0.125	169.97	20	33.72	86.28
-0.125 +0.063	56.44	6.64	13.72	92.92
-0.063 +0.045	19.70	2.31	7.08	95.23
-0.045	40.50	4.77	4.77	100
Somme	850	100		

D'après les résultats présentés dans le tableau 4.11 on remarque que la tranche granulométrique (-0.5mm+0.25mm) a un meilleur pourcentage massique (49.18%), ainsi que la tranche (-0.25mm +0.125mm) qui a un pourcentage massique élevé de 20%, par contre, les autres tranches ont des pourcentages massiques considérables à faible. Ces résultats sont illustrés dans l'historgramme de la figure 4.28.



**Figure 4.28.** Histogramme de variation des pourcentages massiques des phosphates noirs en fonction de la granulométrie (sous-couche principale).

Les résultats des analyses chimiques des phosphates de la sous-couche principale noire sont présentés dans le tableau 4.12 suivant :

**Tableau 4.12.** Résultats d'analyses chimiques des échantillons de la sous-couche principale noire.

Mailles des tamis, mm	Teneurs, %			
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>
-4 +2	20.97	4.15	34.60	17.40
-2 +1	20.3	3.98	33.05	16.73
-1 +0.5	29.03	1.60	47.90	7.36
-0.5 +0.25	29.94	1.09	49.40	6.70
-0.25 +0.125	28.46	1.70	46.96	8.40
-0.125 +0.063	20.13	3.98	33.21	15.10
-0.063 +0.045	16.28	4.15	26.86	15.39
-0.045	17.99	3.15	29.68	10.70
Teneur globale	27.91	1.94	46.05	8.40

L'analyse globale montre que la sous-couche principale du phosphate noir est riche en phosphate avec une teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 27.91%.

Les résultats d'analyses chimiques des échantillons de phosphate noir montrent que la tranche granulométrique (-0.5mm +0.25mm) est caractérisée par un meilleur teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (29.94%) et une faible teneur en MgO (1.09%) ainsi qu'en CO<sub>2</sub> (6.70%).

La tranche (-0.25mm +0.125mm) est caractérisée aussi par une teneur élevée en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 28.46%, et une baisse teneur en MgO ; par contre, les autres tranches ont des teneurs considérables à faible, sauf que la tranche (-1mm +0.5mm) a 29.03% en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

L'histogramme suivant illustre la variation des teneurs en  $P_2O_5$  dans l'échantillon de la sous-couche principale.

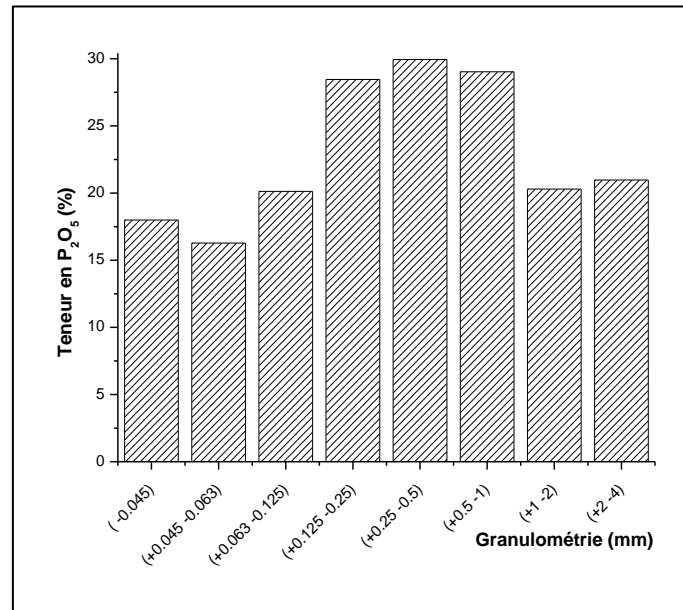


Figure 4.29. Histogramme de variation des teneurs en  $P_2O_5$  des phosphates noirs en fonction de la granulométrie (sous-couche principale).

#### 4.5.1.3 Diffraction des rayons X

L'analyse par DRX a permis de déterminer que les phases minérales existantes dans les deux sous-couches principale (Figure 4.30) et sommitale (Figure 4.31) des phosphates noirs sont : L'hydroxylapatite, carbonate fluorapatite et le fluorapatite comme des minéraux principaux et la calcite, le quartz et la dolomite comme des minéraux de gangue.

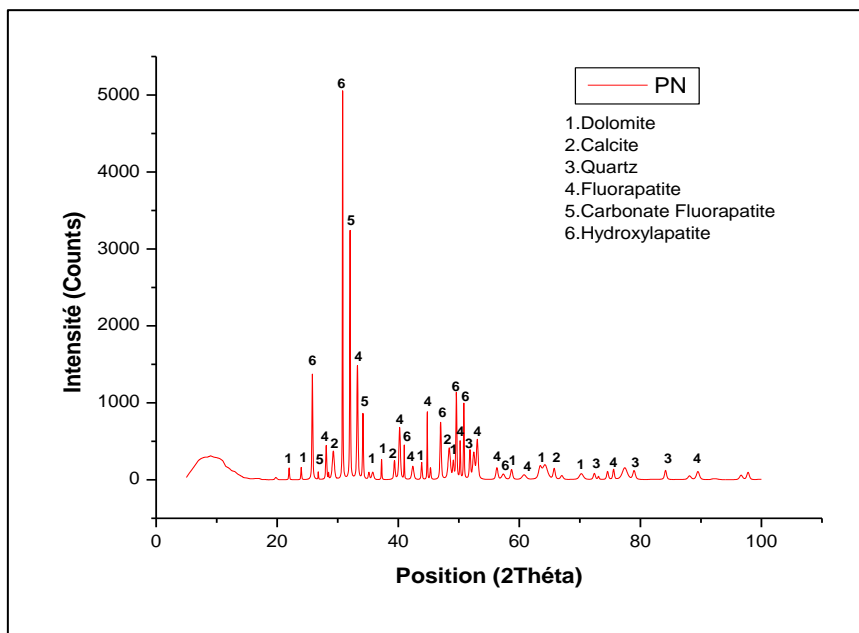


Figure 4.30. Résultats DRX de la sous-couche principale.

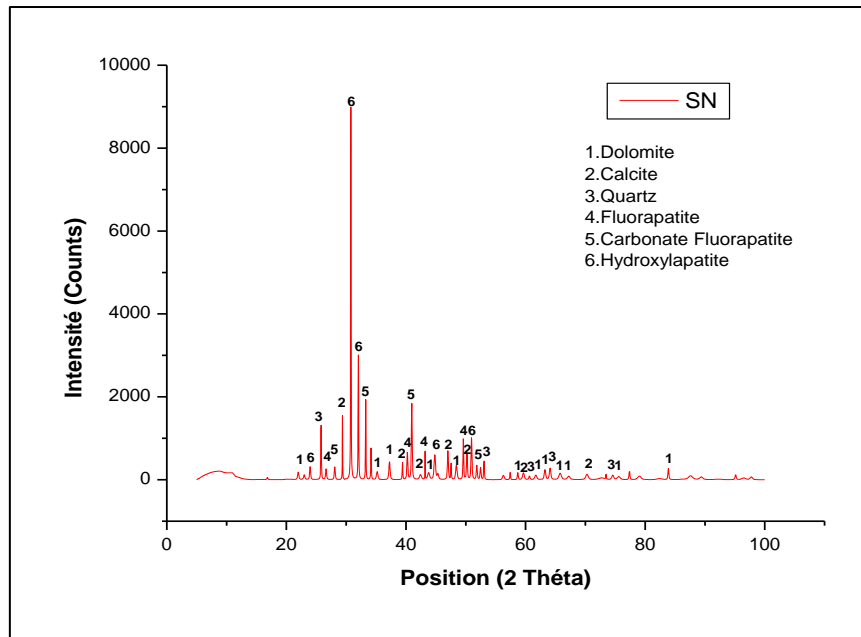


Figure 4.31. Résultats de DRX de la sous-couche sommitale.

#### 4.5.2 Résultats de caractérisation des échantillons de mélange des sous couches noires

##### 4.5.2.1 Résultats d’analyses granulo-chimiques

Les résultats d’analyse granulométrique par tranche des mélanges de deux sous couches de phosphate noir sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau 4.13. Résultats de tamisage de mélange des sous-couches noires.

Mailles des tamis, (mm)	Masse, (g)	Rendements, (%)		
		Massique	Tamisat	Refus
-4 +2	78.13	11.16	100	11.16
-2 +1	70.21	10.03	88.84	21.19
-1 +0.5	140.29	20.04	78.81	41.23
-0.5 +0.25	149.07	21.30	58.77	62.53
-0.25 +0.125	137.10	19.58	37.47	82.11
-0.125 +0.063	40.82	05.83	17.89	87.94
-0.063 +0.045	34.85	4.98	12.06	92.92
-0.045	49.53	7.08	7.08	100
Somme	700	100		

On constate d’après ce tableau que la tranche granulométrique (-0.5mm +0.250mm) possède le grand pourcentage massique de 21.3%, suivi par la tranche (-1mm +0.5mm) avec 20.04% et la tranche (-0.250mm +0.125mm) avec 19.58%.

Les résultats d'analyses chimiques par tranche des mélanges de deux sous-couches de phosphate noir sont illustrés dans le tableau suivant :

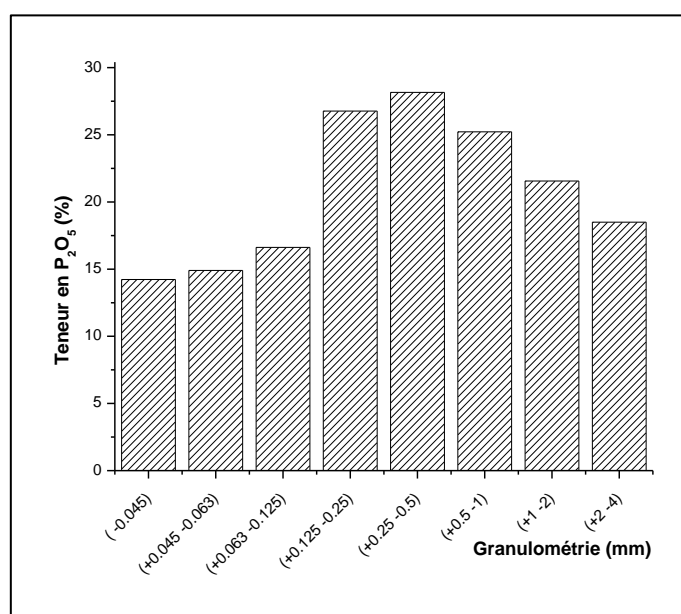
**Tableau 4.14.** Résultats d'analyses chimiques de mélange des sous-couches noires.

Mailles des tamis, mm	Teneurs,%			
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>
-4 +2	18.50	3.66	30.52	18.27
-2 +1	21.56	3.25	35.57	15.94
-1 +0.5	25.22	2.57	41.61	12.96
-0.5 +0.25	28.16	1.59	46.46	07.97
-0.25 +0.125	26.77	2.12	44.17	09.63
-0.125 +0.063	16.62	3.73	27.42	19.93
-0.063 +0.045	14.90	4.06	24.86	11.96
-0.045	14.23	3.60	23.48	17.94
Teneur globale	23.51	3.48	38.79	13.05

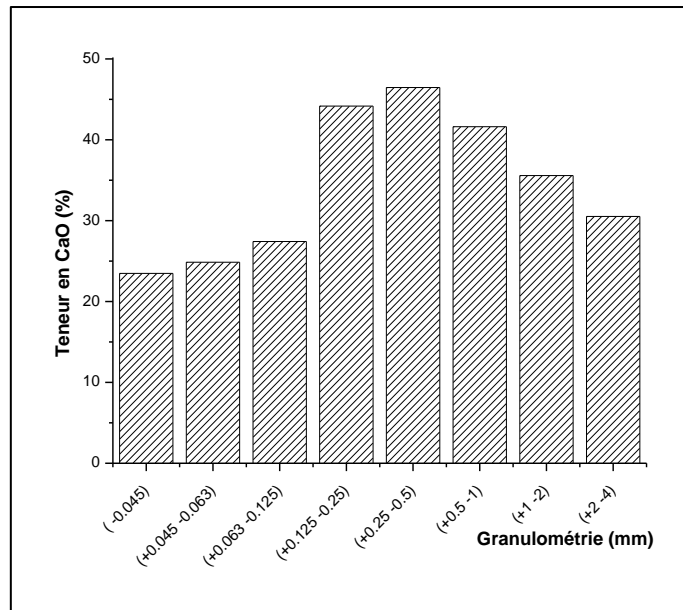
L'analyse chimique de l'échantillon global de mélange des deux sous-couches sommitale et principale montre que la teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> est considérable (23.51%), tandis que les teneurs en oxyde de magnésium et en dioxyde de carbone sont élevées dans cet échantillon (3.48% et 13.05%) respectivement.

D'après les résultats d'analyses chimiques par tranche, on peut tirer les remarques suivantes :

- La tranche granulométrique (-0.5mm +0.25mm) possède des teneurs élevées en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et également en CaO arrivent jusqu'à 28.16% et 46.46%, suivi par la tranche (-0.25mm +0.125mm) avec une teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 26.77% et en CaO de 44.77% ; tandis que les autres tranches sont pauvres en ces éléments. Les figures 4.32 et 4.33 illustrent les variations des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et en CaO en fonction de la granulométrie.

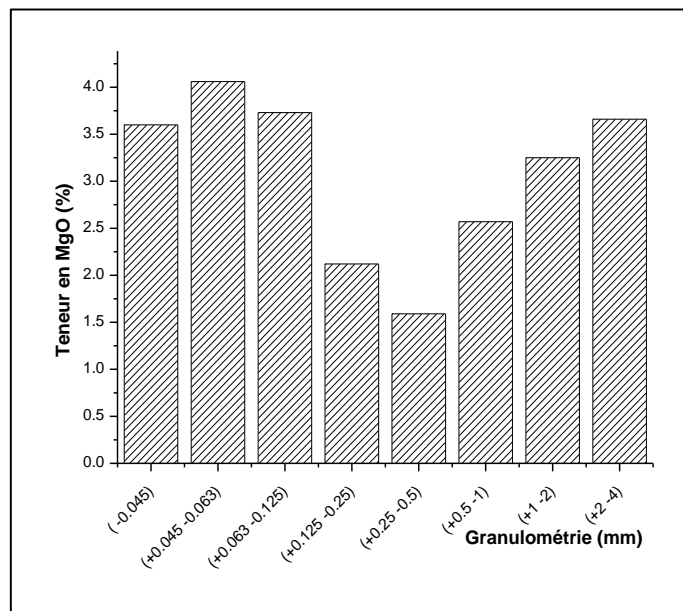


**Figure 4.32.** Variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction de la granulométrie des échantillons de mélange noir.



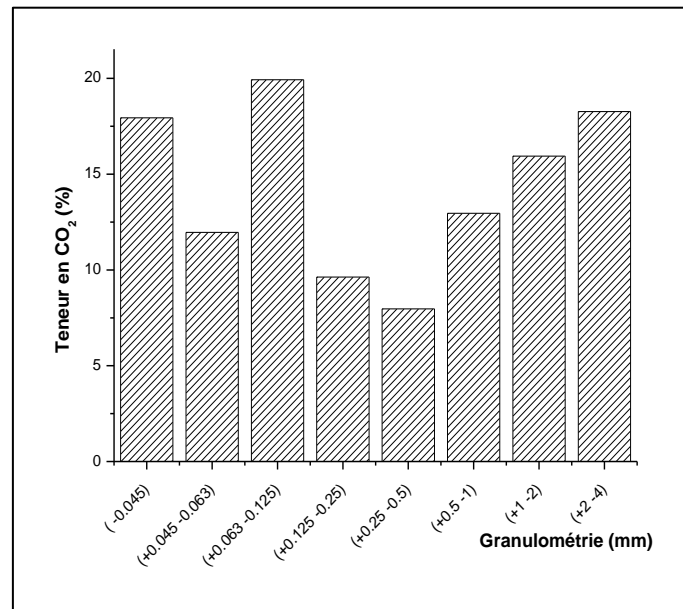
**Figure 4.33.** Variation des teneurs en CaO en fonction de la granulométrie des échantillons de mélange noir.

- La valeur du teneur en MgO est maximale dans la tranche granulométrique (-0.063mm +0.045mm), au-delà de cette tranche, cette dernière diminue graduellement avec l'accroissement de la granulométrie, pour atteindre une valeur minimale dans la tranche (-0.5mm +0.25mm), par la suite, on remarque que la teneur en MgO a augmenté avec l'augmentation de la granulométrie jusqu'à avoir une valeur maximale dans la tranche (+2mm), (Figure 4.34).



**Figure 4.34.** Variation des teneurs en MgO en fonction de la granulométrie des échantillons de mélange noir.

- Le mélange phosphaté noir présente une variation du contenu en CO<sub>2</sub> dépendant de la tranche granulométrique, atteignant un maximum dans la tranche (-0.125mm +0.063mm), puis diminuant pour atteindre une faible valeur dans la tranche (-0.5mm +0.25mm), et à partir de cette tranche on note une augmentation progressive du teneur en CO<sub>2</sub> avec l'augmentation de la granulométrie d'échantillon, (Figure 4.35).



**Figure 4.35.** Variation des teneurs en CO<sub>2</sub> en fonction de la granulométrie des échantillons de mélange noir.

D'après les résultats de L'analyse granulo-chimique des sous-couches de phosphate noir (sommatale et principale) séparément, ainsi que les résultats de l'analyse granulo-chimique de mélange des deux sous-couches on peut conclure que la maille de libération pour le phosphate noir est : les trois tranches granulométriques :(-0.5mm +0.25mm), (-0.25mm +0.125mm), (-0.125mm +0.063mm).

L'analyse chimique des éléments majeurs dans ces trois tranches révèle une teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 22.98%, en MgO de 5.90% et en CO<sub>2</sub> de 13.29%.

#### 4.5.2.2 Diffraction des rayons X

La composition minéralogique de mélange phosphaté noir est similaire à celle de chacune des sous-couches noires, les phases minérales qui existent sont :

- Fluorapatite ;
- Hydroxylapatite ;
- Carbonate fluorapatite ;
- Quartz ;
- Dolomite ;
- Calcite, (FigureIV.36).

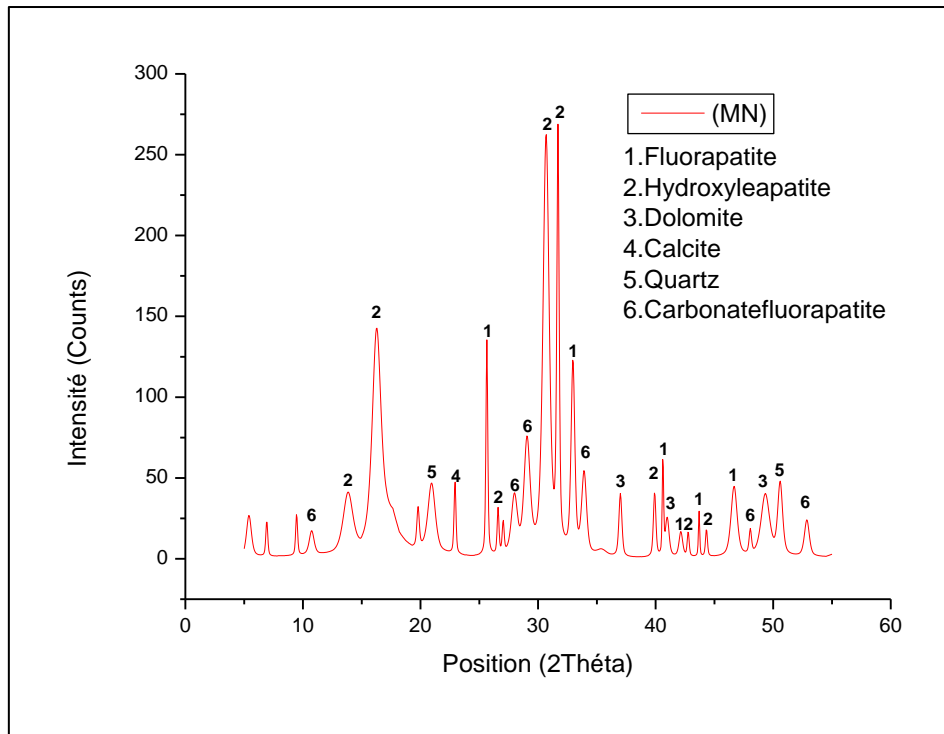


Figure 4.36. Résultats de DRX des phosphates noirs.

#### 4.5.2.3 Analyse par MEB/EDS

Les échantillons de phosphate noir caractérisés par ce type d'appareil d'analyse ont une granulométrie de (-500 $\mu$ m +63 $\mu$ m).

L'utilisation du MEB/EDS dont le but d'identifier les différentes phases minéralogiques présentées dans le phosphate noir a permis de déterminer que l'échantillon est composé des pellets de forme ovale et arrondi, les coprolithes de forme cylindrique à allongé ainsi que les cristaux de dolomie et les débris osseux (Figure 4.37) ; et de bien préciser les teneurs des éléments chimiques (P, Si, Mg, Al, Na, F, C, O, S, Ca)(Annexe B), (Figure 4.38).

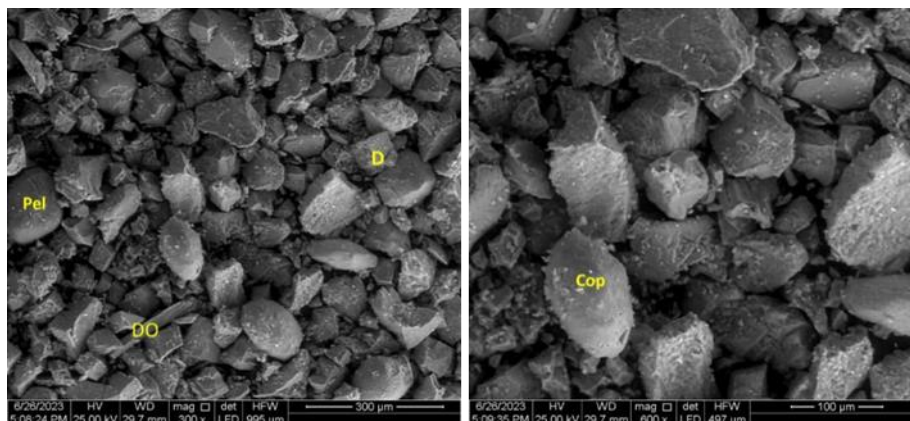
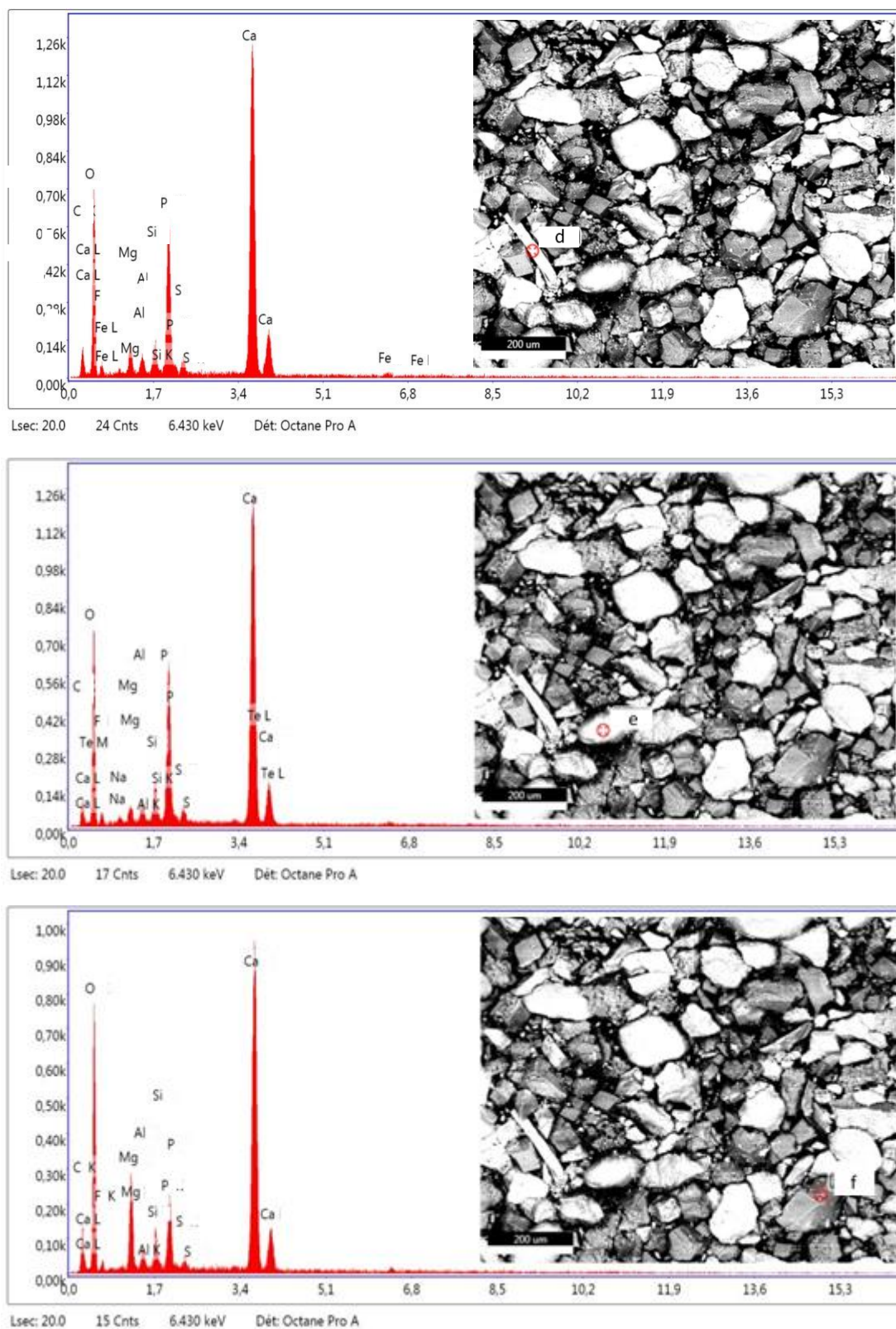


Figure 4.37. Observation microscopique de mélange noir sous un MEB (Pel : pellet ; DO : débris osseux ; Cop : coprolithe)



**Figure 4.38.** Résultats du EDS de mélange noir (d : débris osseux ; e : coprolithe ; f : dolomite).

## **4.6 Conclusion**

D'après les différents types d'analyses effectués pour les échantillons représentatives prélevés de deux types des phosphates sédimentaires (beige et noir) à savoir : l'étude pétrographique, le tamisage, Analyse chimique par Spectrophotométrie d'adsorption atomique (SAA), Auto analyseur (AA), Calcimètre de Bernard, Analyse par diffractions des rayons X (DRX) et l'analyse par microscope électronique à balayage et d'une spectroscopie dispersive en énergie (MEB/EDS) on peut révéler les conclusions suivantes :

- L'analyse chimique de différentes sous-couches de phosphate beige montre que les deux sous-couches basale et principale sont riches en  $P_2O_5$  avec des teneurs de 27.78% et 27.91% respectivement, tandis que la sous-couche sommitale a une teneur faible de 18.44% ;
- La teneur en  $P_2O_5$  dans le mélange de trois sous-couches de phosphate beige (basale, principale, sommitale) est égale à 24.58% ; la teneur en MgO de 2.98% et de  $CO_2$  de 12.05% ;
- Les deux sous-couches sommitale et principale des phosphates noirs sont caractérisées par des teneurs élevées en oxyde de magnésium arrivant jusqu'à 5.47% ; La sous-couche principale de phosphate noir est riche en  $P_2O_5$  (27.91%), tandis que la teneur dans la sous-couche sommitale est faible (19.57%) ;
- La teneur en  $P_2O_5$  dans le mélange de deux sous-couches de phosphate noir est de 23.51%, de MgO est 3.48% et de  $CO_2$  est 13.05% ;
- L'observation microscopique des lames minces montre que le minerai phosphaté de gisement de Kef Essenoun avec ses deux types, à savoir le beige et le noir, est composé principalement des pellets, des coprolithes et de la glauconie ainsi que le quartz, la dolomite et la calcite comme des ciments ;
- L'analyse granulométrique de deux types des phosphates montre que les tranches granulométriques (-0.5mm+0.25mm ; -0.25mm +0.125mm ; -0.125mm +0.063mm) présentent un rendement considérable et sont riches en  $P_2O_5$ . A cet effet, elles sont considérées comme la maille de libération ; L'analyse chimique des éléments majeurs dans ces trois tranches révèle une teneur en  $P_2O_5$  de 22.98%, en MgO de 5.90% et en  $CO_2$  de 13.29% pour le mélange noir, et une teneur en  $P_2O_5$  de 25.8%, en MgO de 4.43% et en  $CO_2$  de 9.49% pour le mélange beige.
- L'analyse par DRX des échantillons de mélange phosphaté beige et des échantillons de mélange phosphaté noir montre que les minéraux principaux sont associés à la famille des apatites (fluorapatite, hydroxylapatite, carbonatefluorapatite), tandis que les minéraux de gangue contiennent du quartz, de la dolomite et de la calcite ;
- L'analyse par MEB/EDS des mélanges phosphatés beiges et noirs confirme les résultats d'observation microscopique des lames minces d'une part et les résultats de DRX d'autre part, cette analyse montre que les minéraux principaux sont des apatites (pellets, coprolithes, glauconites), et permet de déterminer les différents éléments chimiques existants ainsi que leurs teneurs.

## **Chapitre 5 : Enrichissement des phosphates sédimentaires de gisement de Kef-Essenoun**

### **5.1 Introduction**

Le lavage, la séparation par gravité et la séparation électrostatique sont des procédés d'enrichissement physique qui n'ont pas encore été utilisés à grande échelle, car il est encore difficile d'obtenir des concentrés de phosphate satisfaisants à partir de ces procédés. Actuellement, les principaux procédés de traitement combiné qui ont été élargis sont : le lavage-flottation, la flottation-séparation magnétique et la flottation-séparation gravimétrique [43].

Les résultats de la caractérisation minéralogique et chimique des phosphates du gisement de Kef Essenoun montrent que les minéraux de la gangue sont principalement constitués de matières organiques, de dolomite et de calcite.

Etant donné que la calcination est la méthode la plus adéquate pour éliminer les matières organiques et décomposer les minéraux de la gangue tels que la dolomite et la calcite, et que la flottation inverse est la meilleure méthode de traitement des minerais phosphatés à gangue carbonatée, son application reste toutefois difficile en raison des propriétés similaires entre les phosphates et les minéraux de la gangue.

À cet égard, une méthode combinée de calcination et de flottation inverse a été utilisée pour traiter le phosphate de gisement de Kef Essenoun, afin d'obtenir un concentré phosphaté qualifié.

### **5.2 Description de protocole des essais**

Les étapes de traitement effectuées sont les suivantes

1. Calcination de phosphate brut ;
2. Lavage de phosphat calciné ;
3. Lavage de phosphate brut ;
4. Flottation inverse de :
  - Phosphate brut lavé ;
  - Phosphate lavé calciné ;
  - Mélange proportionnel de phosphate brut lavé et de phosphate calciné lavé.

Les essais de calcination de mélange de trois sous-couches de phosphate beige, et de mélange de deux sous-couches de phosphate noir sont réalisés dans un four à moufle (Figure 5.1) au niveau de laboratoire de département de métallurgie -Annaba.

Des échantillons phosphatés beiges et noirs, d'une masse de 100g chacune et d'une granulométrie comprise entre  $-500\mu\text{m}$  et  $+63\mu\text{m}$ , ont été soumis séparément à une série d'opérations de calcination à différentes températures à savoir :  $800^{\circ}\text{C}$ ,  $900^{\circ}\text{C}$ ,  $1000^{\circ}\text{C}$ . Étant donné que la calcination pendant 15 minutes permet d'obtenir des résultats satisfaisants, le temps de calcination choisi est donc de 15 minutes. [13]



**Figure 5.1.** Four à moufle.

Les essais de flottation sont réalisés dans une cellule de type metso minerals serial NO.P5007260, (Figure 5.2) au niveau de laboratoire LTMGP-Université de Bejaia.



**Figure 5.2.** Cellule de flottation.

Chaque type de phosphate (noir et beige) de granulométrie comprise entre 500 $\mu$ m et 63 $\mu$ m, a subi un ensemble des opérations de flottation inverse. Pour chaque opération, la cellule de flottation est alimentée par une fraction de 100g, à savoir : un échantillon calciné lavé, un échantillon brut lavé, ainsi que des mélanges proportionnels de phosphate brut lavé et le phosphate calciné lavé.

Les essais de flottation sont réalisés dans les conditions suivantes [52]:

- pH =9 ;
- Densité de la pulpe : 25% ;
- Vitesse de rotation : 1200tr/min ;
- Temps de mise en pulpe 3 minutes ;
- Temps de conditionnement 10 minutes.
- Temps de flottation 1 minute.

Le tableau suivant présente les réactifs utilisés [52].

**Tableau 5.1.** Réactifs/dosages utilisés pendant la flottation inverse des phosphates [52].

Réactifs		Dosages
Collecteur	Acide oléique	2500g/t
Activant	Éthanol	800g/t
Déprimant	Double tartrate de sodium et de potassium	1200g/t
Régulateur du pH	la soude/ l'acide phosphorique	-
Moussant	Soude	2000g/t

### 5.3 Résultats de traitement de phosphate beige

#### 5.3.1 Résultats des essais de calcination

##### 5.3.1.1 Résultats d'analyses chimiques

Le tableau suivant montre les résultats de la calcination des échantillons de phosphate beige à différentes températures.

**Tableau 5.2.** Résultats d'analyses chimiques des phosphates beiges calcinés.

Echantillon	Température, °C	Perte au feu (%)	Teneur, %			
			P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CO <sub>2</sub>	CaO
Phosphate beige	800	14.38	29.88	4.68	2.00	49.30
	900	12.18	29.78	4.53	1.66	49.14
	1000	14.68	29.88	4.76	1.00	49.30

D'après les résultats de traitement par calcination illustrés dans le tableau 5.2 on constate que les teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et en CaO sont identiques aux deux températures (800°C et 1000°C), avec une teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 29.88% et en CaO de 49.30% ; tandis que la perte de masse à une température de 1000°C est plus importante par rapport aux autres températures.

Les figures 5.3 et 5.4 illustrent la variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et en CaO.

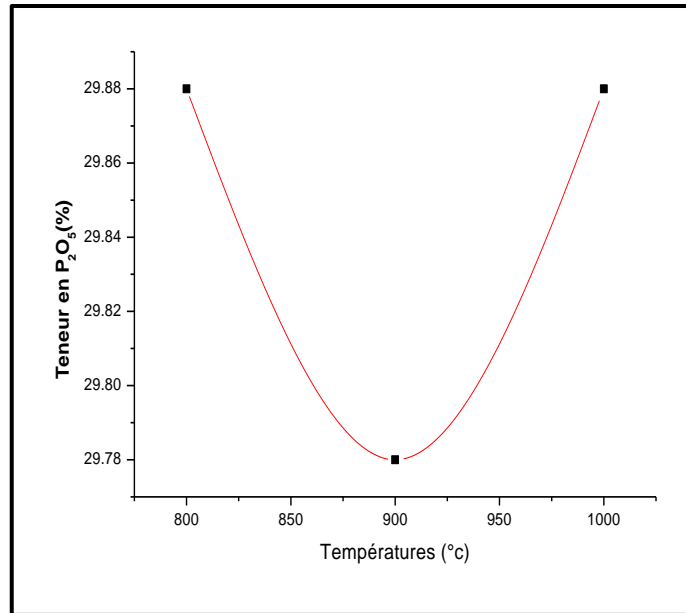


Figure 5.3. Variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction de la température de calcination.

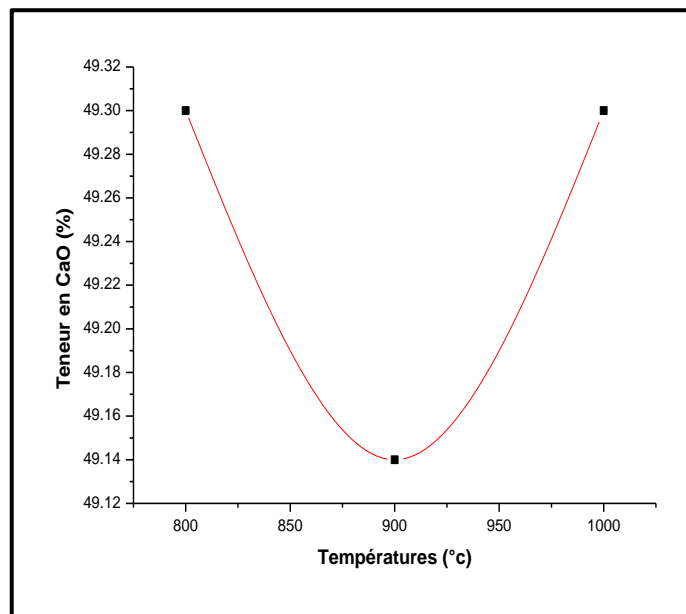


Figure 5.4. Variation des teneurs en CaO en fonction de la température de calcination.

On constate aussi d'après ces résultats que :

- la teneur en CO<sub>2</sub> est diminuée progressivement jusqu'à atteindre une valeur de 1% avec une température de 1000°C, (Figure 5.5).
- La teneur en oxyde de magnésium (MgO) diminuée avec l'augmentation de la température de calcination à 900°C, par la suite elle augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale de 4.76% à une température de 1000°C, (Figure 5.6).

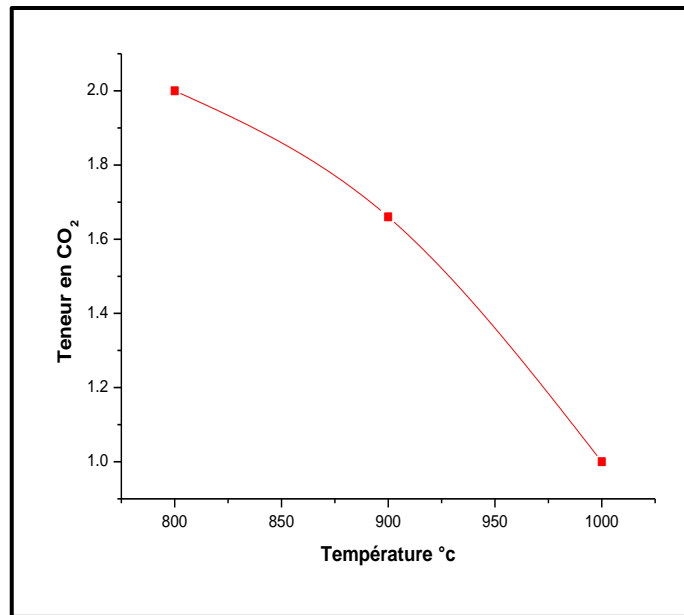


Figure 5.5. Variation de teneur en CO<sub>2</sub> en fonction de température de calcination.

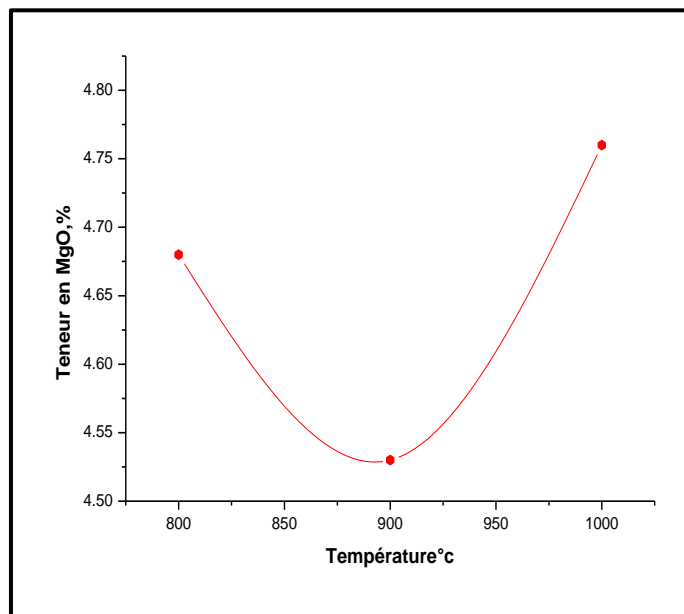


Figure 5.6. Variation des teneurs en MgO en fonction de la température de calcination.

### 5.3.1.2 Résultats d'analyse par DRX

L'analyse des échantillons calcinés par diffraction des rayons X montre que la majorité des pics existants dans les phosphates beiges représentent des éléments phosphatés : (fluorapatite, hydroxylapatite, carbonatefluorapatite). Alors que pour les minéraux de la gangue, on observe une faible présence de pics de quartz, une réduction des phases de dolomite et l'apparition de pics de CaO et MgO à  $2\theta = 37.36^\circ$  et  $42.91^\circ$  respectivement, (Figure 5.7).

Les pics de CaO et MgO confirment la décomposition des carbonates de calcium et de magnésium en oxydes et l'élimination du dioxyde de carbone CO<sub>2</sub>.

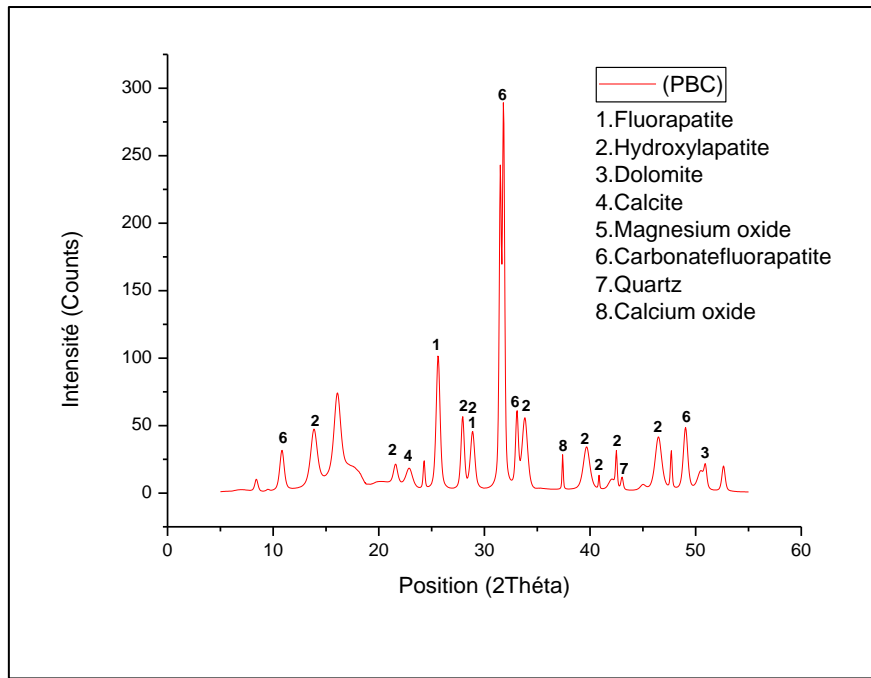


Figure 5.7. Résultats de DRX de calcination à 1000°C de phosphate beige.

### 5.3.2 Résultats de lavage par attrition de produit calciné

Le phosphate calciné à une température de 1000°C a été lavé par attrition dans un agitateur magnétique (Figure 5.8). L'objectif du lavage par attrition est de réduire la teneur de MgO selon l'équation ci-dessous :



Figure 5.8. Lavage par attrition dans un agitateur magnétique.

Le lavage par attrition est suivi par un tamisage humide sur un tamis de 63µm afin d'éliminer les schlamms créés. Les résultats de lavage des phosphates beiges calcinés sont présentés dans le tableau 5.3.

**Tableau 5.3.** Résultats de lavage des phosphates beiges calcinés à 1000°C.

Echantillon	Teneurs, %			
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CO <sub>2</sub>	CaO
Phosphate beige	30.12	2.98	1.49	49.70

Le lavage par attrition permet d'une part de diminuer les teneurs en MgO de 4.76% à 2.98% et d'autre part d'augmenter la teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 29.88% à 30.12%.

### 5.3.3 Résultats de lavage par attrition de phosphate beige brut

D'après les résultats de lavage par attrition de phosphate beige brut présentés dans le tableau 5.4 on constate une augmentation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, CaO et CO<sub>2</sub> et une diminution des teneurs en MgO.

**Tableau 5.4.** Résultats de lavage par attrition de mélange brut des phosphates beiges.

Echantillon	Teneurs, %			
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO	CO <sub>2</sub>	MgO
Phosphate beige brut non lavé	25.80	42.57	9.30	4.43
Phosphate beige brut lavé	28.17	46.48	9.49	2.06

### 5.3.4 Résultats des essais de flottation inverse

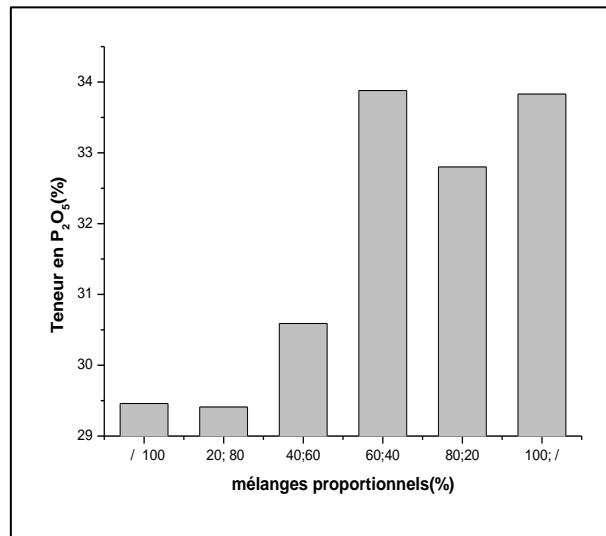
#### 5.3.4.1 Résultats d'analyses chimiques des phosphates beiges flottés

Les résultats d'analyses chimiques des produits des essais de flottation inverse sont montrés dans le tableau suivant :

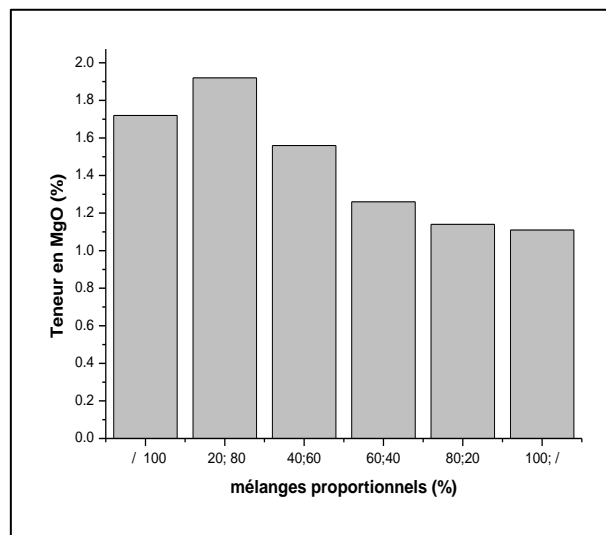
**Tableau 5.5.** Résultats des essais de flottation inverse des mélanges beiges calcinés lavés et bruts lavés.

Proportion calciné %	Proportion non calciné, %	Teneurs initiaux, %				Teneurs dans le produit plongeant, %			
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>
/	100	28.17	2.06	46.48	9.49	29.46	1.72	48.61	8.47
20	80	28.12	1.97	46.40	7.81	29.41	1.92	48.53	7.15
40	60	30.55	1.74	50.41	4.48	30.59	1.56	50.47	6.15
60	40	31.53	1.51	52.00	6.31	33.88	1.26	55.9	3.67
80	20	31.89	1.44	52.62	8.64	32.80	1.14	54.12	2.33
100	/	30.12	2.98	45.19	1.49	33.83	1.11	55.82	1.33

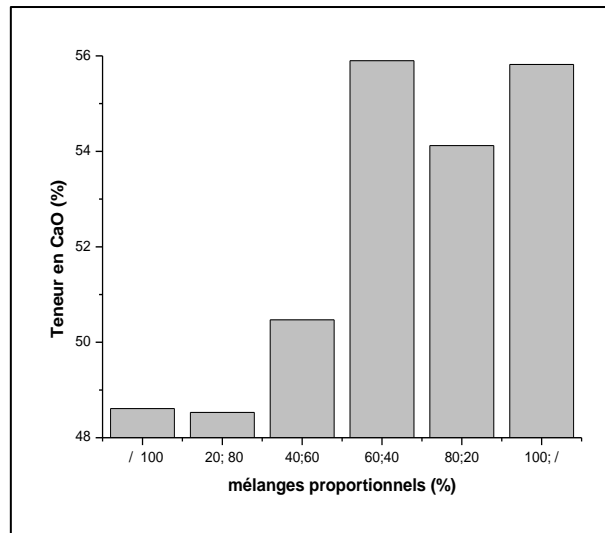
Les résultats présentés dans le tableau 5.5, montre une augmentation des teneurs en  $P_2O_5$  et une diminution des teneurs en impuretés avec l'augmentation de la proportion calciné d'alimentation de la cellule de flottation. Les teneurs en  $P_2O_5$  dans les produits plongeants varient de 29.46% jusqu'à 33.83%. Les meilleurs résultats sont atteints pour le phosphate calciné à 100% et le mélange proportionnel (60% calciné et 40% non calciné), avec des teneurs en  $P_2O_5$  de 33.83% et 33.88% (Figure 5.9) ; en MgO de 1.11% et 1.26% (Figure 5.10) ; en CaO de 55.82% et 55.9% (Figure 5.11) et en  $CO_2$  de 1.33% et 3.67% (Figure 5.12) respectivement.



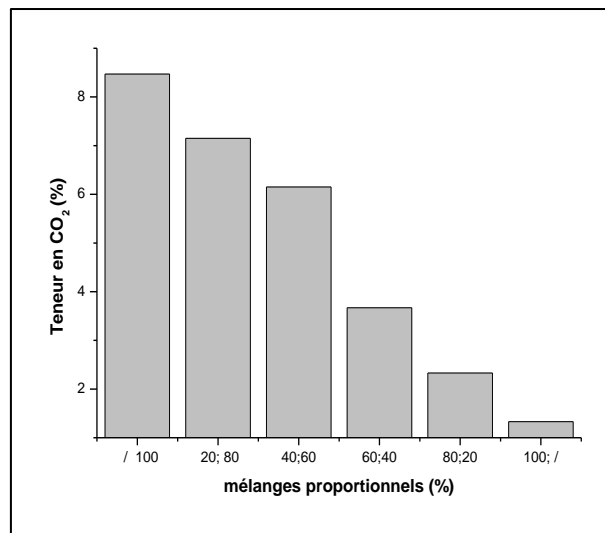
**Figure 5.9.** Variation des teneurs en  $P_2O_5$  en fonction des mélanges proportionnels des phosphates beiges calcinés lavés et non calcinés lavés.



**Figure 5.10.** Variation des teneurs en MgO en fonction des mélanges proportionnels des phosphates beiges calcinés lavés et non calcinés lavés.



**Figure 5.11.** Variation des teneurs en CaO en fonction des mélanges proportionnels des phosphates beiges calcinés lavés et non calcinés lavés.



**Figure 5.12.** Variation des teneurs en CO<sub>2</sub> en fonction des mélanges proportionnels des phosphates beiges calcinés lavés et non calcinés lavés.

#### 5.3.4.2 Résultats d'analyses par DRX des phosphates beiges flottés

Les résultats d'analyse par DRX de produit plongeant de flottation inverse ( concentré) pour le phosphate calciné à 100% et le mélange proportionnel (60% calciné et 40% non calciné) montrent l'absence de la majorité des pics des minéraux de la gangue (dolomite, quartz, calcite) ainsi que la dominance des pics des phases phosphatées : fluorapatite, hydroxylapatite, carbonate fluorapatite ; parmi ces pics les plus significatifs sont à 2  $\theta$  : 31.77°, 31.94°, 33.25°, (Figure 5.13 et 5.14).

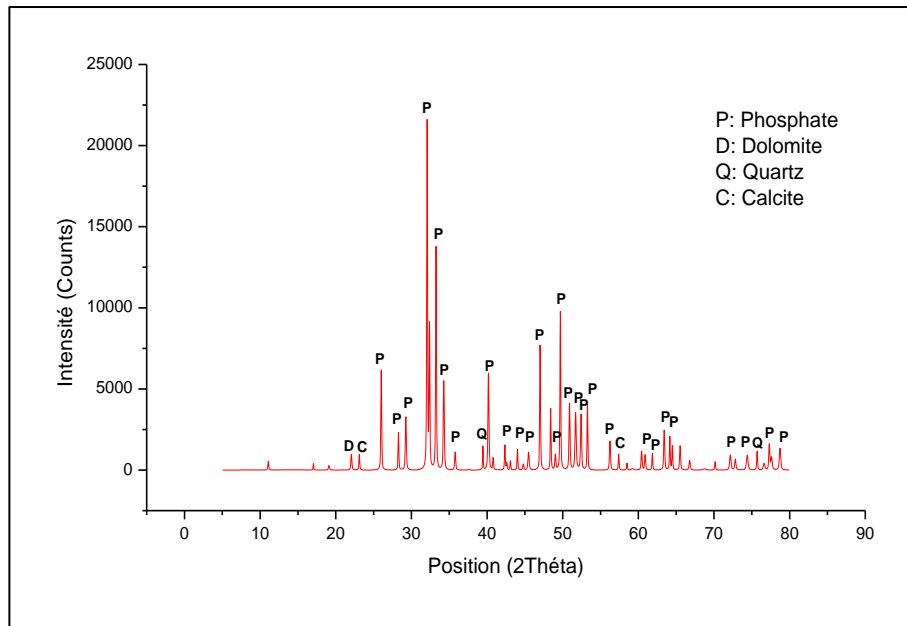


Figure 5.13. Résultats de DRX de flottation de phosphate beige calciné à 100 %.

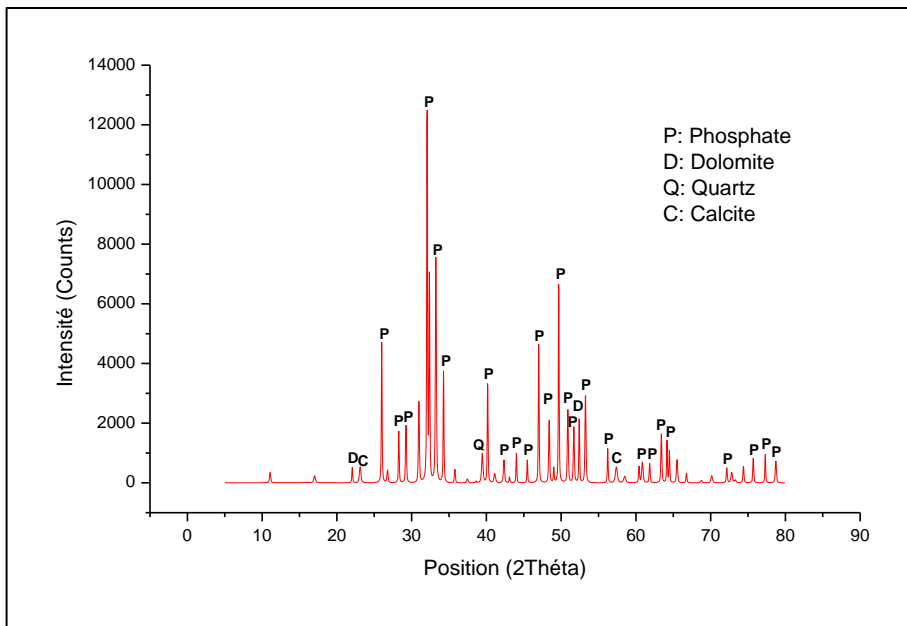


Figure 5.14. Résultats de DRX de flottation de mélange proportionnel (60% calciné, 40% non calciné).

## 5.4 Résultats de traitement de phosphate noir

### 5.4.1 Résultats des essais de calcination

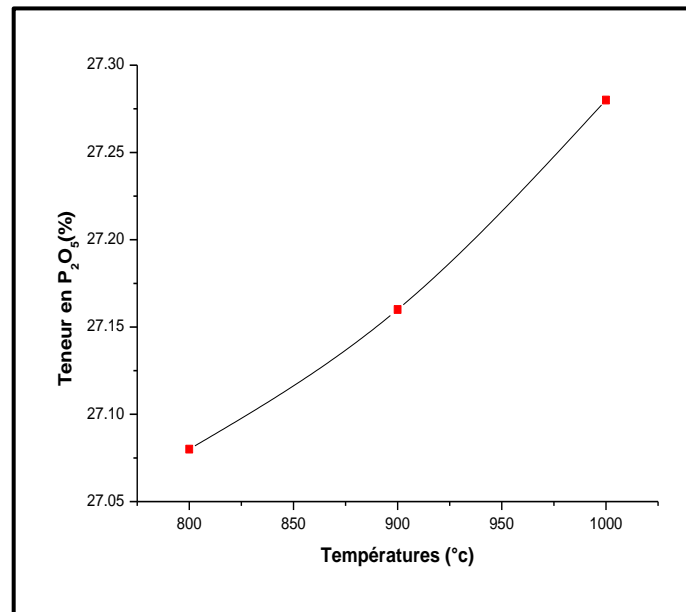
#### 5.4.1.1 Résultats d'analyses chimiques

Les résultats d'analyses chimiques des phosphates noirs calcinés sont présentés dans le tableau suivant :

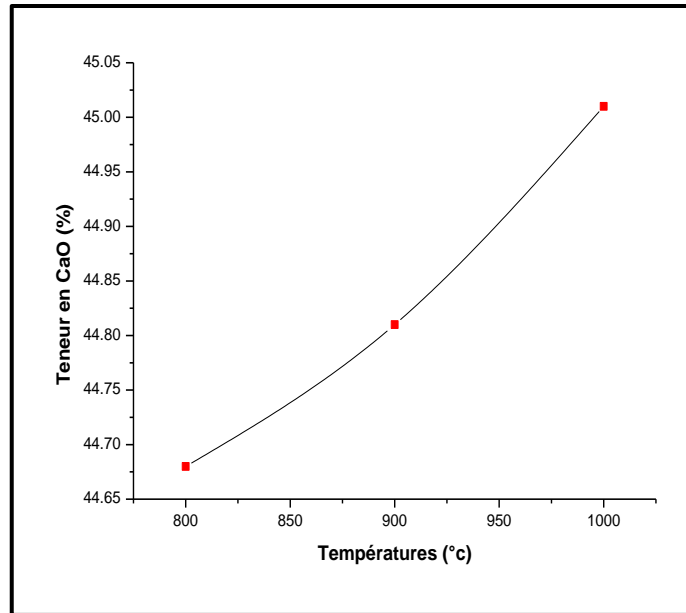
**Tableau 5.6.** Résultats de calcination du phosphate noir à différentes températures.

Echantillon	Température, °C	Perte au feu (%)	Teneur, %			
			P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CO <sub>2</sub>	CaO
Phosphate noir	800	18.03	27.08	6.83	2.16	44.68
	900	17.72	27.16	7.06	1.66	44.81
	1000	18.47	27.28	7.49	1.16	45.01

L'analyse chimique des phosphates noirs calcinés montre que lorsque la température de calcination augmente, la teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> augmente également, jusqu'à avoir une valeur maximale de 27.28% à 1000°C, ainsi que pour les teneurs en CaO (Figure 5.15 et 5.16).

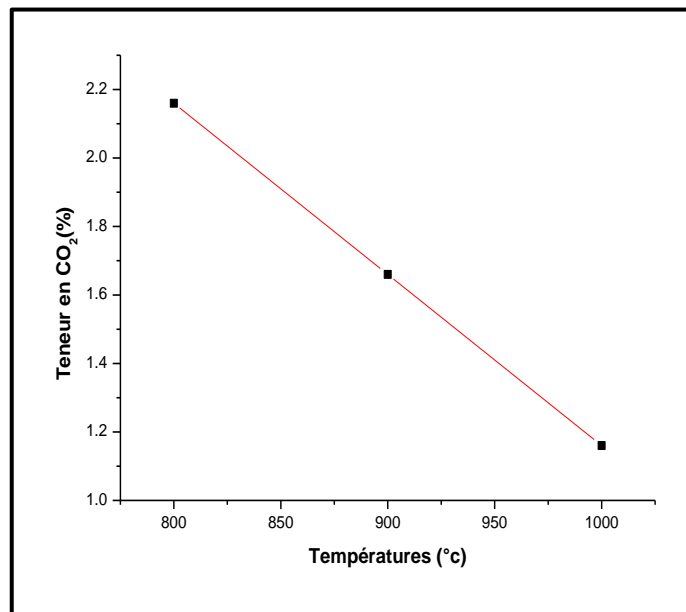


**Figure 5.15.** Variation des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction de la température de calcination des phosphates noirs.



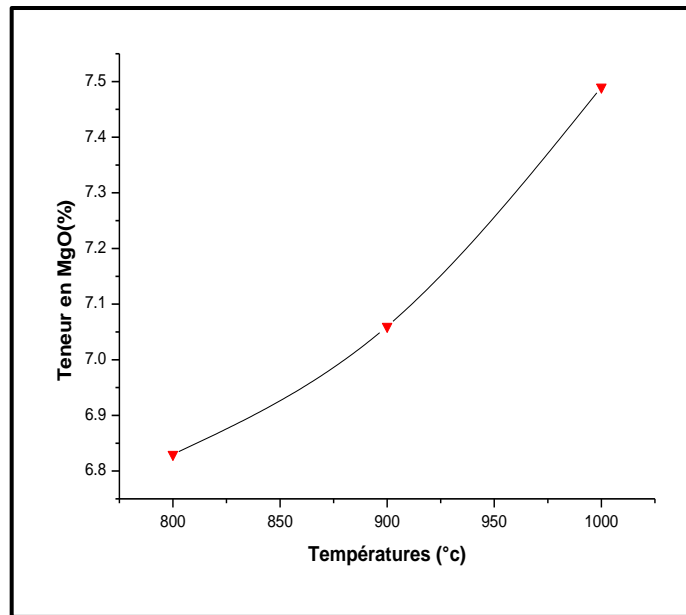
**Figure 5.16.** Variation des teneurs en CaO en fonction de la température de calcination des phosphates noirs.

On ce qui concerne les teneurs en CO<sub>2</sub> on observe une diminution progressive jusqu'à atteindre une valeur minimale de 1.16% à une température de 1000°C, (Figure 5.17).



**Figure 5.17.** Variation des teneurs en CO<sub>2</sub> en fonction de la température de calcination des phosphates noirs.

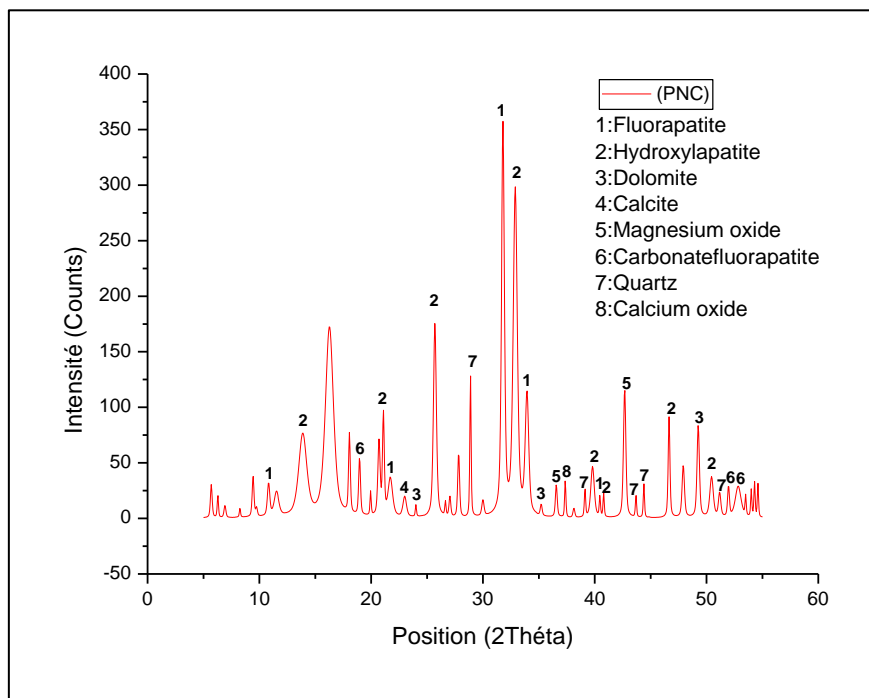
Comme il est montré dans la figure 5.18, les teneurs en MgO sont augmentées avec l'augmentation de la température de calcination jusqu'à atteindre une valeur maximale de 7.49%, à une température de 1000°C.



**Figure 5.18.** Variation des teneurs en MgO en fonction de la température de calcination des phosphates noirs.

#### 5.4.1.2 Résultats de DRX des phosphates noirs calcinés

D'après les résultats d'analyses par DRX des phosphates noirs calcinés présentés ci-dessous (Figure 5.19), on constate une présence significative de pics de la dolomite, ainsi que de pics du quartz et de la calcite, avec des pics de CaO et MgO à  $2\theta = 37.36^\circ$  et  $42.90^\circ$  respectivement. Les pics de CaO et MgO démontrent que les carbonates de calcium et de magnésium se décomposent en oxydes et que le  $\text{CO}_2$  disparaît.



**Figure 5.19.** Résultats de DRX de phosphate noir calciné à  $1000^\circ\text{C}$ .

### 5.4.2 Résultats de lavage par attrition de phosphate noir calciné

Les résultats de lavage du phosphate noir calciné à une température de 1000°C sont illustrés dans le tableau suivant :

**Tableau 5.7.** Résultats de lavage de phosphate noir calciné à 1000°C.

Echantillon	Teneurs, %			
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CO <sub>2</sub>	CaO
Phosphate noir	27.39	4.63	1.63	45.19

Le lavage de phosphate noir calciné permet d'une part d'augmenter la teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 27.28% à 27.39% et d'autre part de diminuer la teneur en MgO de 7.49% à 4.63%.

### 5.4.3 Résultats de lavage par attrition de phosphate noir brut

Les résultats de lavage du phosphate noir brut sont illustrés dans le tableau suivant :

**Tableau 5.8.** Résultats de lavage par attrition des mélanges bruts noirs.

Echantillons	Teneurs, %			
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO	CO <sub>2</sub>	MgO
Phosphate noir non lavé	22.98	37.92	13.29	5.90
Phosphate noir lavé	27.23	44.93	9.63	2.31

### 5.4.4 Résultats des essais de flottation inverse

#### 5.4.4.1 Résultats d'analyses chimiques des phosphates noirs flottés

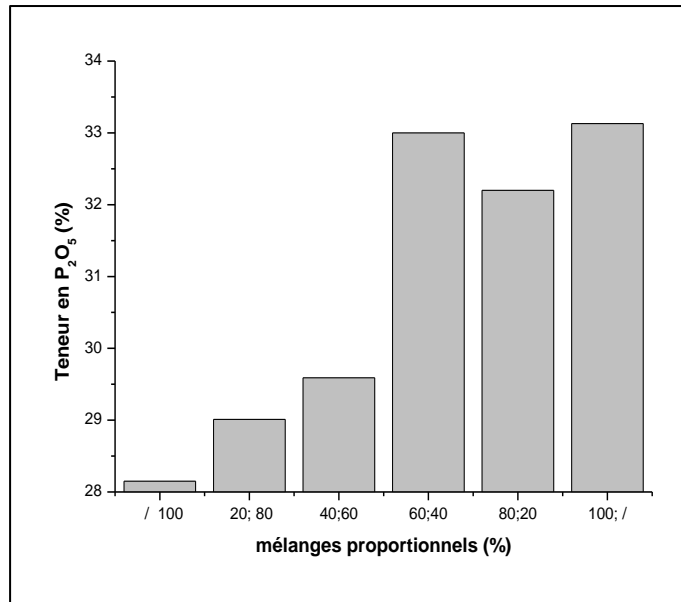
Les résultats des essais de flottation inverse des phosphates noirs sont montrés dans le tableau 5.9.

**Tableau 5.9.** Résultats des essais de flottation inverse des mélanges noirs calcinés lavés et bruts lavés.

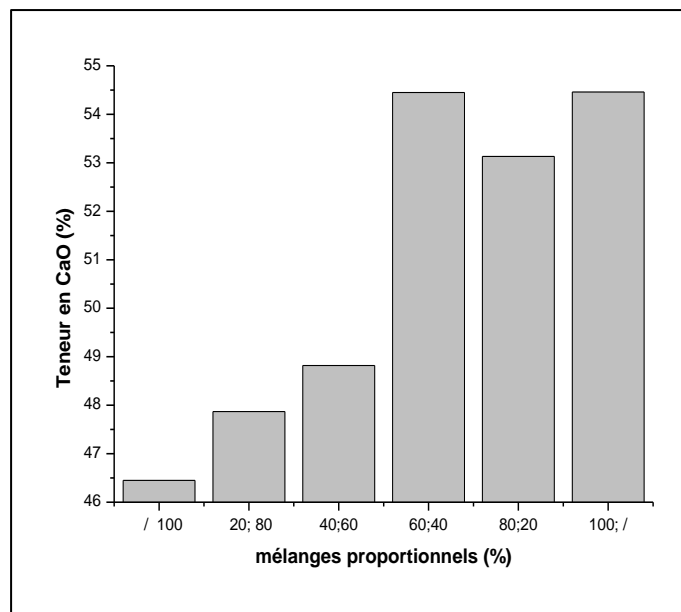
proportion calcinée, %	Proportion non Calcinée, %	Teneurs initiaux, %				Teneurs dans le plongeant, %			
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>
/	100	27.23	2.31	44.93	9.63	28.15	1.99	46.45	9.47
20	80	28.05	2.34	46.28	3.16	29.01	1.61	47.87	7.47
40	60	29.21	2.09	48.20	6.31	29.59	1.94	48.82	6.83
60	40	30.14	1.94	49.73	5.00	33.00	1.84	54.45	5.16
80	20	30.86	2.06	50.92	3.65	32.20	1.82	53.13	3.32
100	/	27.39	4.63	45.19	1.63	33.13	1.33	54.66	1.66

D'après les résultats montrés dans le tableau précédent on peut conclure que :

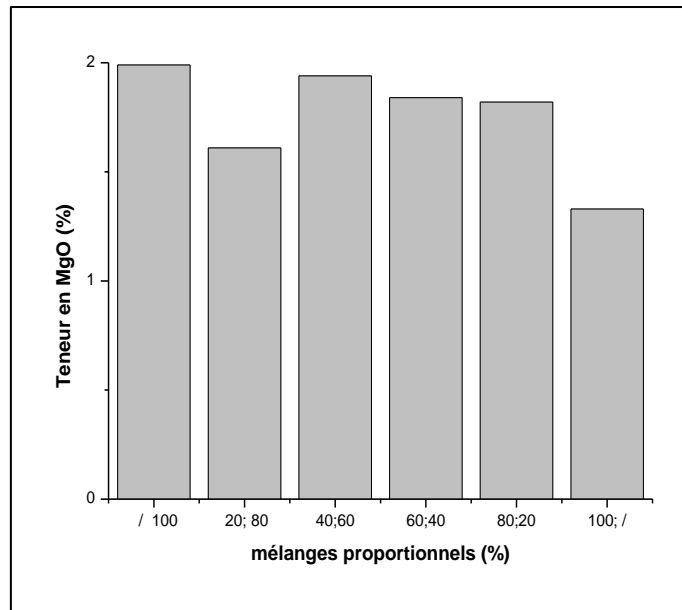
L'utilisation d'un produit calciné à 100% pour alimenter la cellule de flottation s'avère efficace et fournit un concentré phosphaté qualifié avec une teneur en  $P_2O_5$  de 33.13% (Figure 5.20), en CaO de 54.66% (Figure.5.21), une teneur de 1.33% en MgO (Figure 5.22), et 1.66% en  $CO_2$ , (Figure 5.23).



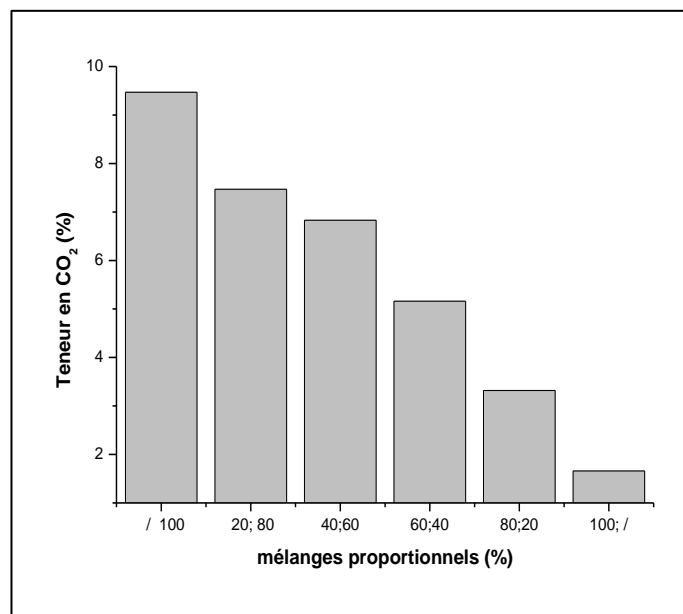
**Figure 5.20.** Variation des teneurs en  $P_2O_5$  en fonction des mélanges proportionnels des phosphates noirs calcinés lavés et non calcinés lavés.



**Figure 5.21.** Variation des teneurs en CaO en fonction des mélanges proportionnels des phosphates noirs calcinés lavés et non calcinés lavés.



**Figure 5.22.** Variation des teneurs en MgO en fonction des mélanges proportionnels des phosphates noirs calcinés lavés et non calcinés lavés.



**Figure 5.23.** Variation des teneurs en CO<sub>2</sub> en fonction des mélanges proportionnels des phosphates noirs calcinés lavés et non calcinés lavés.

#### 5.4.4.2 Résultats de DRX de phosphate noir flotté

Les résultats de l'analyse par DRX de flottation de phosphate noir calciné lavé révèlent la prédominance des pics de phosphates et l'élimination quasi totale des pics de minéraux de gangue, (figure 5.24).

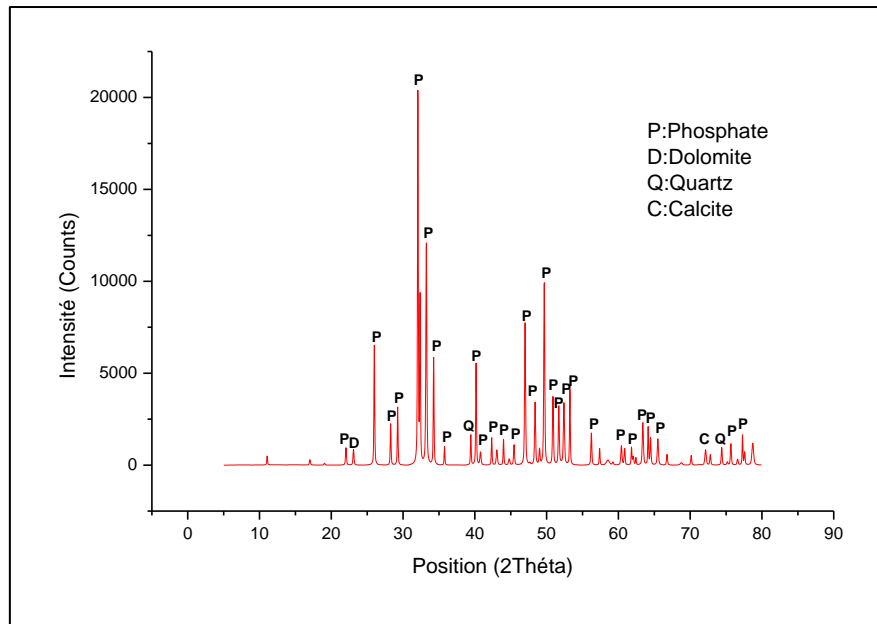


Figure 5.24. Résultats de DRX de flotation de phosphate noir calciné à 100 %.

### 5.5 Schémas proposés pour le traitement des phosphates de Kef Essenoun

Suite aux résultats des essais traitement obtenus, nous avons pu développer de nouveaux schémas d'enrichissement pour les phosphates beiges et noirs provenant du gisement de Kef Essenoun. Les schémas de traitement proposé sont illustrés dans les figures suivantes :

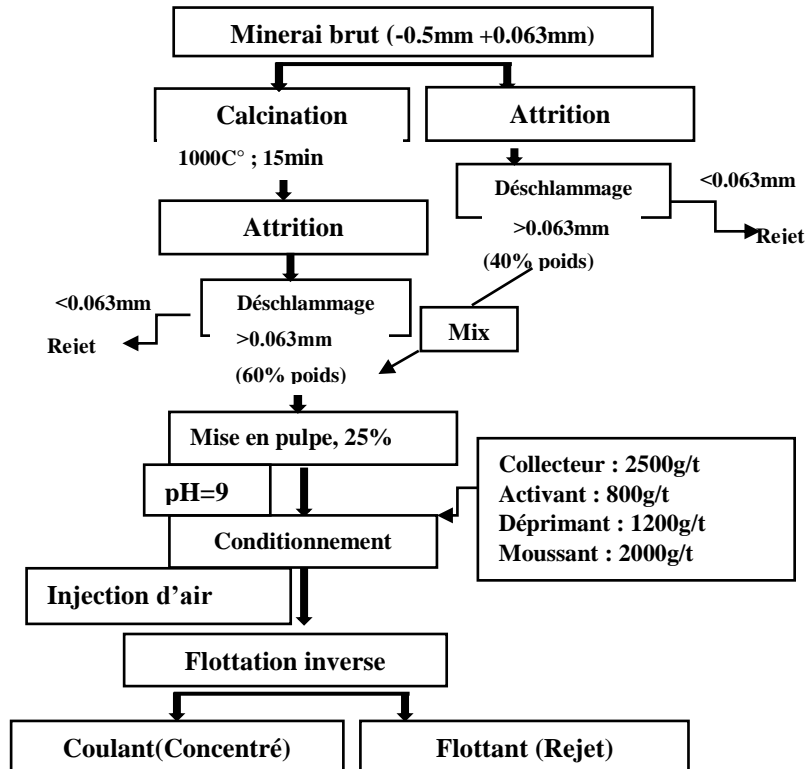


Figure 5.25. Schéma technologique de traitement de phosphate beige (avec un mélange proportionnel 60% calciné et 40% non calciné).

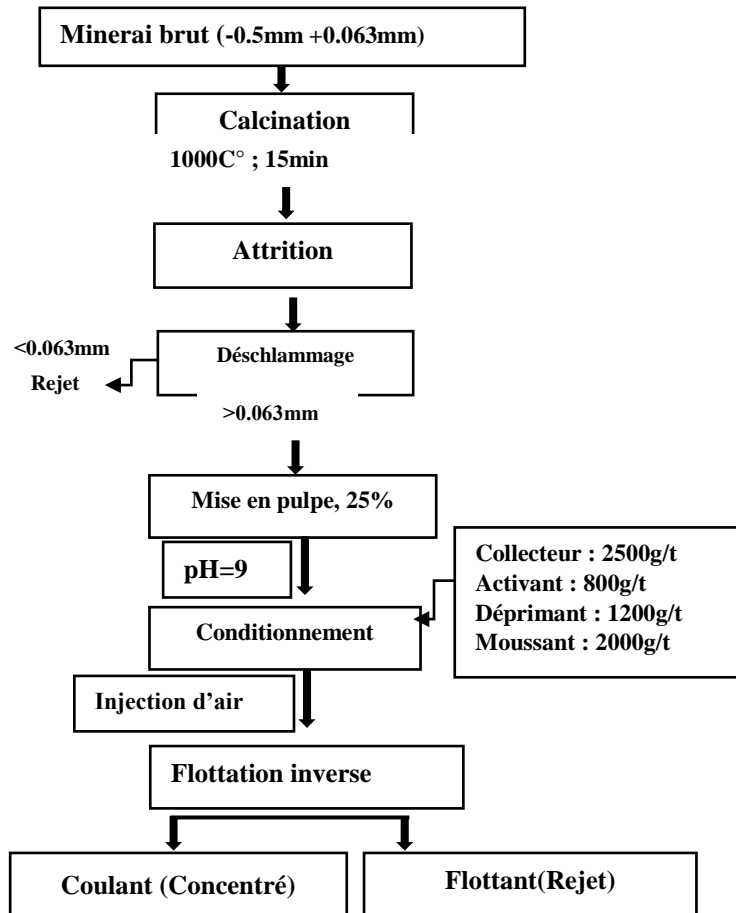


Figure 5. 26. Schéma technologique de traitement de phosphate noir 100% calciné ; et phosphate beige 100% calciné.

## 5.6 Conclusion

L'utilisation de la calcination pour traiter les phosphates beiges et noirs permet d'une part de dissocier les dolomites et les calcites en oxyde de calcium et oxyde de magnésium, ce qui est confirmé par l'apparition des pics de MgO et de CaO dans le diffractogramme, et d'autre part d'améliorer la teneur en  $P_2O_5$  ce qui est montré par l'analyses chimiques effectuées ;

Un lavage par attrition suivi par un déschlammage sur un tamis de  $63\mu m$  des produits calcinés (beige et noir séparément) s'avère efficace et permet de diminuer les teneurs en oxydes générés par la calcination et d'augmenter la teneur en  $P_2O_5$  ;

La flottation inverse des phosphates beiges et noirs calcinés toute en utilisant des mélanges proportionnels des produits calcinés lavés et bruts lavés permet de diminuer les teneurs en MgO et d'augmenter les teneurs en  $P_2O_5$  ;

Les résultats obtenus lors de la valorisation des minerais de phosphate en utilisant une méthode combinée de calcination et de flottation inverse sont encourageants, avec des teneurs en  $P_2O_5$  de 33,13% pour le phosphate noir et 33,88% pour le phosphate beige.

## **CONCLUSION GENERALE**

Il existe deux types de phosphate dans la région de Kef Essnoun l'un est noir et l'autre est beige avec différents faciès : basale, principale et sommitale, Les pellets et les coprolithes constituent la majorité de sa composition.

Les ressources géologiques totales de ce gisement ont été évaluées à 317 millions de tonnes, avec 26,53% en  $P_2O_5$  et 2,61% en MgO. Les réserves prouvées sont estimées à 168 millions de tonnes, avec 50 millions de tonnes de réserves probables et 99 millions de tonnes de ressources possibles dans les parties les plus profondes du gisement.

Après l'extraction du minerai, un ensemble d'opérations de la fragmentation et d'enrichissement a été effectué pour obtenir un produit marchand. Le but de fragmentation est de préparer les minerais à l'enrichissement. Ses opérations sont : le concassage dont le rôle est de réduire la dimension du matériau en le faisant concasser ; le criblage, qui permet de séparer les grains selon leurs dimensions ; et le broyage, qui permet de libérer les grains.

L'objectif de valorisation est de séparer les concentrés et des rejets. La méthode appliquée au niveau du complexe minier de Djebel Onk est le débouillage et le dépoussiérage.

Le choix d'une méthode d'enrichissement adéquate est une étape primordiale pour obtenir un concentré phosphaté de bonne qualité et répondre aux exigences industrielles.

Le lavage par attrition et le déschlammage ont été appliqués avec succès sur les minerais de phosphate à haute teneur, et pour éliminer les minéraux argileux ainsi que pour l'élimination de l'effet néfaste des boues sur le processus de flottation ;

La séparation gravimétrique est employée pour traiter de la roche phosphatée sédimentaire caractérisée par une texture en bande ;

La méthode magnétique pour les minerais de phosphate ayant des gangues magnétiques, la récupération du phosphate est limitée lors de la séparation magnétique, ce qui signifie que cette méthode n'est pas efficace pour enrichir les minerais de phosphate à grains fins ;

La calcination est utilisée principalement pour l'enrichissement des roches phosphatées calcaire, dans les zones où l'énergie est peu coûteuse et les ressources en eau limitées ;

La séparation électrostatique est appliquée pour la valorisation des roches phosphatées siliceuses à gros grains, cette approche est souvent restreinte par la faible capacité des séparateurs électrostatiques et n'a pas été utilisée à l'échelle industrielle ;

La lixiviation peut être utilisée pour l'enrichissement des roches phosphatées calcaires. Cette méthode s'agit le plus souvent d'études expérimentales en laboratoire, car la lixiviation prolongée restreint grandement la capacité des usines et limite la production de phosphates à grande échelle. Par conséquent, les bénéfices de l'usine ont diminué ;

La méthode combinée lavage–calcination est appliquée pour l'élimination des matières organiques et l'amélioration de la teneur en  $P_2O_5$  ;

La flottation est idéale pour traiter les roches phosphatées siliceuses, calcaire et siliceuses-calcaires.

D'après les différents types d'analyses effectués pour les échantillons représentatives prélevés de deux types des phosphates sédimentaires (beige et noir) à savoir : l'étude pétrographique, le tamisage, Analyse chimique par Spectrophotométrie d'adsorption atomique (SAA), Auto analyseur (AA), Calcimètre de Bernard, Analyse par diffractions des rayons X (DRX) et l'analyse par microscope électronique à balayage et d'une spectroscopie dispersive en énergie (MEB/EDS) on peut révéler les conclusions suivantes :

- L'analyse chimique de différentes sous-couches de phosphate beige montre que les deux sous-couches basale et principale sont riches en  $P_2O_5$  avec des teneurs de 27.78% et 27.91% respectivement, tandis que la sous-couche sommitale a une teneur faible de 18.44% ;
- La teneur en  $P_2O_5$  dans le mélange de trois sous-couches de phosphate beige (basale, principale, sommitale) est égale à 24.58% ; la teneur en MgO de 2.98% et de  $CO_2$  de 12.05% ;
- Les deux sous-couches sommitale et principale des phosphates noirs sont caractérisées par des teneurs élevées en oxyde de magnésium arrivant jusqu'à 5.47% ;
- La sous-couche principale de phosphate noir est riche en  $P_2O_5$  (27.91%), tandis que la teneur dans la sous-couche sommitale est faible (19.57%) ;
- La teneur en  $P_2O_5$  dans le mélange de deux sous-couches de phosphate noir est de 23.51%, de MgO est 3.48% et de  $CO_2$  est 13.05% ;
- L'observation microscopique des lames minces montre que le minerai phosphaté de gisement de Kef Essenoun avec ses deux types, à savoir le beige et le noir, est composé principalement des pellets, des coprolithes et de la glauconie ainsi que le quartz, la dolomite et la calcite comme des ciments ;
- L'analyse granulométrique de deux types des phosphates montre que les tranches granulométriques (-0.5mm+0.25mm ; -0.25mm +0.125mm ; -0.125mm +0.063mm) présentent un rendement considérable et sont riches en  $P_2O_5$ . A cet effet, elles sont considérées comme la maille de libération ;
- L'analyse chimique des éléments majeurs dans ces trois tranches révèle une teneur en  $P_2O_5$  de 22.98%, en MgO de 5.90% et en  $CO_2$  de 13.29% pour le mélange noir, et une teneur en  $P_2O_5$  de 25.8%, en MgO de 4.43% et en  $CO_2$  de 9.49% pour le mélange beige.
- L'analyse par DRX des échantillons de mélange phosphaté beige et des échantillons de mélange phosphaté noir montre que les minéraux principaux sont associés à la famille des

apatites (fluorapatite, hydroxylapatite, carbonatefluorapatite), tandis que les minéraux de gangue contiennent du quartz, de la dolomite et de la calcite ;

- L'analyse par MEB/EDS des mélanges phosphatés beiges et noirs confirme les résultats d'observation microscopique des lames mince d'une part et les résultats de DRX d'autre part, cette analyse montre que les minéraux principaux sont des apatites (pellets, coprolithes, glauconites), et permet de déterminer les différents éléments chimiques existants ainsi que leurs teneurs ;

L'utilisation de la calcination pour traiter les phosphates beiges et noirs permet d'une part de dissocier les dolomites et les calcites en oxyde de calcium et oxyde de magnésium, ce qui est confirmé par l'apparition des pics de MgO et de CaO dans le diffractogramme, et d'autre part d'améliorer la teneur en  $P_2O_5$  ce qui est montré par l'analyses chimiques effectuées ;

Un lavage par attrition suivi par un déschlammage sur un tamis de  $63\mu\text{m}$  des produits calcinés (beige et noir séparément) s'avère efficace et permet de diminuer les teneurs en oxydes générés par la calcination et d'augmenter la teneur en  $P_2O_5$  ;

La flottation inverse des phosphates beiges et noirs calcinés toute en utilisant des mélanges proportionnels des produits calcinés lavés et bruts lavés permet de diminuer les teneurs en MgO et d'augmenter les teneurs en  $P_2O_5$  ;

Les résultats obtenus lors de la valorisation des minerais de phosphate en utilisant une méthode combinée de calcination et de flottation inverse sont encourageants, avec des teneurs en  $P_2O_5$  de 33,13% pour le phosphate noir et 33,88% pour le phosphate beige.

## Références Bibliographiques

- [1] R. El Bamiki, O. Raji, M. Ouabid, A. Elghali, O. Khadiri Yazami, et J.-L. Bodinier, « Phosphate Rocks : A Review of Sedimentary and Igneous Occurrences in Morocco », *Minerals*, vol. 11, n° 10, p. 1137, oct. 2021, doi : 10.3390/min11101137.
- [2] M. Ettoumi, M. Jouini, C.M. Neculita, S. Bouhlel, L. Coudert, I. Haouech, M. Benzaazoua, « Characterization of Kef Shfeir phosphate sludge (Gafsa, Tunisia) and optimization of its dewatering », *J. Environ. Manage.*, vol. 254, p. 109801, janv. 2020, doi : 10.1016/j.jenvman.2019.109801.
- [3] D. Sherkuziev, « Simple superphosphate by two-stage acid treatment of phosphate raw materials », *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.*, vol. 939, n° 1, p. 012057, déc. 2021, doi : 10.1088/1755-1315/939/1/012057.
- [4] Bensmain Belkacem. « Contribution à l'élaboration des matériaux nucléaires par voie humide ». Thèse doctorat, Université des Sciences et De La Technologie-Houari Boumediene, 2017.
- [5] N. Benabdeslam, N. Bouzidi, F. Atmani, R. Boucif, et A. Sakhri, « The Effect of the Parameters of the Grinding on the Characteristics of the Deposit Phosphate Ore of Kef Es Sennoun, Djebel Onk-Tebessa, Algeria », *International Journal of Materials and Metallurgical Engineering*, vol. 12, n° 7, 2018.
- [6] Ch. Tremblay, B. Poirier, S. Lavaure, D. Boulianne, R. Daigneault, M.L. Tremblay, «PHOSPHORE», Table Régionale de Concertation Minière (TRCM) du Saguenay –Lac-Saint-Jean, n°3, Mai.2021.
- [7] I. Anouar, R. Jouraiphy, H. Essallaki, H. Mazouz, S. Yousfi, R. Boulif, B. Essaid, M. L. Bouamrani, « Effect of phosphate quality on foam generation during the phosphoric acid production process », *Physicochem. Probl. Miner. Process.*, vol. 57, n° 2, p. 48-57, janv. 2021, doi : 10.37190/ppmp/132463.
- [8] Z. Farid, M. Abdennouri, N. Barka, Y. Jannani, et M. Sadiq, « Study of the effect of pH, conditioning and flotation time on the flotation efficiency of phosphate ores by a soybean oil collector », *J. Met. Mater. Miner.*, vol. 32, n° 1, p. 101-108, mars 2022, doi : 10.55713/jmmm.v32i1.1212.
- [9] I. Attafi, A. Idres, Z. Mekti, A. Bouras, A. Benselhou, F. Ait Merzeg, N. Dovbash, S. Bellucci, Analysis of combined processing method of phosphate minerals from the Kef Essenoun deposit. *Technology Audit and Production Reserves*, 2 (3 (76)), 12–19.2024. doi : <https://doi.org/10.15587/2706-5448.2024.300739>
- [10] Mohamed Dassamiour, « Eléments en traces et valorisation des minerais de phosphate du gisement de Kef Essenoun - Dj. Onk (Algérie Orientale) », Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar, -ANNABA, 2012.
- [11] H.L. Jacob, C. Paré, Y. Hébert, « Les phosphates au Québec », série des manuscrits bruts, MB 90 - 22, 1990.
- [12] J. Boulaine, « Histoire de la fertilisation phosphatée », étude et Gestion des Sols, Volume 13, 2, 2006 - pages 129 à 137, 2006.
- [13] S. K. Kawatra, J. T. Carlson, « Beneficiation of Phosphate Ore », Society for Mining, Metallurgy & Exploration, 2014.
- [14] Steven J. Van Kauwenbergh «World Phosphate Rock Reserves and Resources ». International Fertilizer Development Center (IFDC), 2010.
- [15] M. Slansky, « Disponibilité et besoins futurs en minerais phosphatés compte tenu de la lutte anti-pollution et de nouvelles applications possibles », Bureau de recherches géologiques et minières, Orléans, 1975.

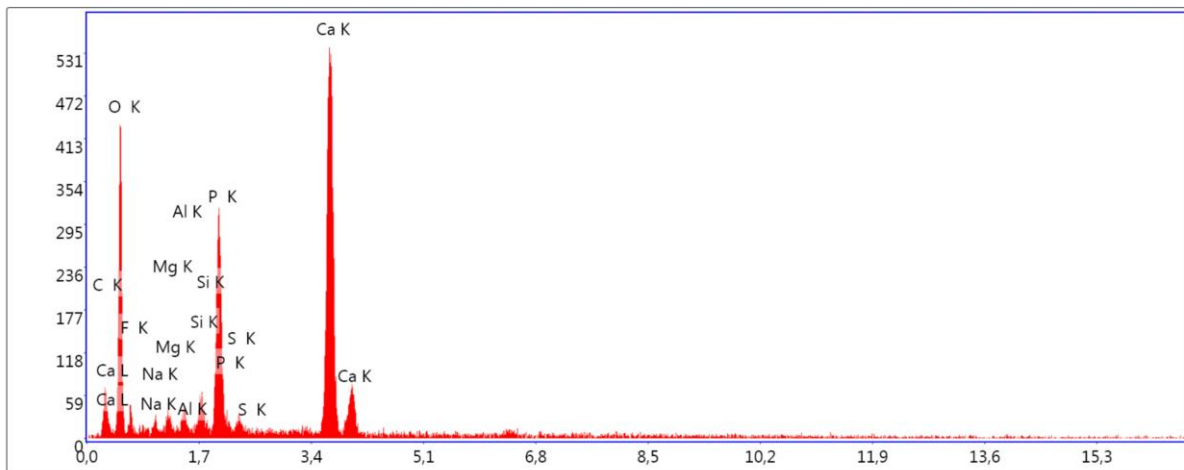
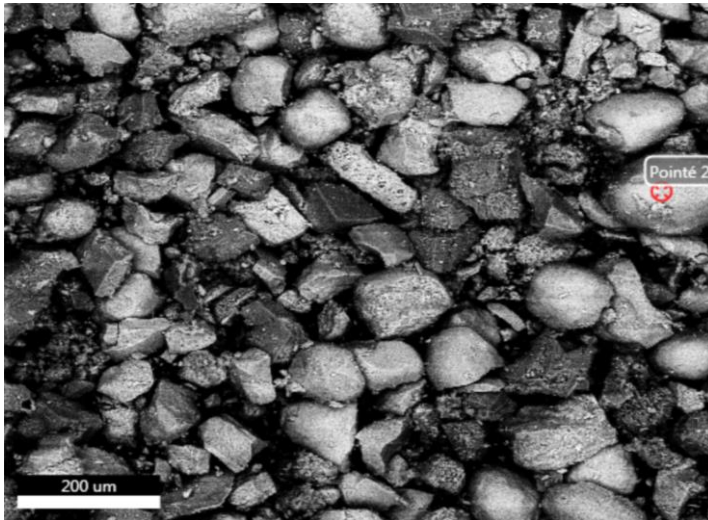
- [16] Françoise Andrieux-Loyer, « Les formes de phosphore particulaire et sédimentaire en environnement côtier. Méthodes d'analyse, biodisponibilité, échange », Thèse de doctorat, Université Bretagne Occidentale, 1997.
- [17] H. I. Vorobyev, D. M. Novik « Mineral processing sources », Educational Institution "Belarusian State Technological University", 2008.
- [18] K. Boughzala, « Etude des propriétés physico-chimiques du phosphate naturel du gisement d'Oum, El Khecheb : traitement et valorisations des co-produits de ce procédé », *Green and Applied Chemistry*, Vol. 11, 3, 180-203, 2021.
- [19] Rania Souidi, « Récupération du phosphore à partir des eaux usées sous la forme de vivianite en utilisant la méthode d'électrocoagulation », Thèse Maîtres sciences (M. Sc), Université Laval, Québec, Canada, 2021.
- [20] Radouan EL BAMIKI « Etude géologique des occurrences phosphatées du Haut-Atlas marocain : Compréhension des contrôles géologiques sur l'accumulation du phosphate », Thèse de doctorat, Université De Montpellier, 2020.
- [21] « Coup D'œil Sur Les Produits De Base Édition spéciale sur le phosphate », Conférence des Nations Unies sur le commerce et le développement. N°18, Genève, 2023.
- [22] D. Banas, J.C. Lata, « Les phosphates », livre blanc des polluants de l'habitat, Université Paris-Sud, 2006.
- [23] F. F. Mozheyko, T. N. Potkina, I. I. Goncharik, A. I. Voytenko, V. V. Shevchuk, « Combined method of high-quality phosphate concentrate and conditioning phosphate flour obtaining at enrichment nodular phosphorite », *Proceedings of BSTU*, No 3, Chemistry and Technology of inorganic substances, 2015.
- [24] Djamel Nettour « Caractérisation et élaboration d'un nouveau schéma de traitement des minerais de phosphate Beige, Cas de la mine de Djebel Onk, Tébessa », Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2018.
- [25] Rabah Kechiched, « Les phosphates du nord de Tébessa (Dyr et el- Kouif) : étude sédimentologique, géologique et géochimique », Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2017.
- [26] M. C. Mezam, M. A. Bachar Assed, « Étude Rétro-analytique du glissement du bord Nord de la mine à ciel ouvert de Kef Essenoun (Djebel Onk), Algérie », *Bull. Eng. Geol. Environ.*, vol. 76, n° 4, p. 1307-1320, nov. 2017, doi : 10.1007/s10064-016-0988-x.
- [27] Rabah Kechiched, « Typologie géochimique et géostatistique des minerais de phosphates du gisement de Bled El Hadba – Djebel Onk (Algérie Orientale) », Mémoire de Magister (1st Post-Graduation), Université Badji Mokhtar-Annaba, 2011, doi : 10.13140/RG.2.2.30643.63524.
- [28] L. Gadri, R. Hadji, F. Zahri, Z. Benghazi, A. Boumezbeur, M.L. Boukelloul, Kh. Raïs, « The quarries edges stability in opencast mines : a case study of the Djebel Onk phosphate mine, NE Algeria », *Arab. J. Geosci.*, vol. 8, n° 11, p. 8987-8997, nov. 2015, doi : 10.1007/s12517-015-1887-3.
- [29] R. Kechiched, R. Laouar, O. Bruguier, S. Laouar-Salmi, O. Ameer-Zaimeche, A. Foufou, « Preliminary Data of REE in Algerian Phosphorites : A Comparative Study and Paleo-redox Insights », *Procedia Eng.*, vol. 138, p. 19-29, 2016, doi : 10.1016/j.proeng.2016.02.048.
- [30] R. Kechiched, R. Laouar, O. Bruguier, S. Laouar-Salmi, D. Bosch, et C. Douchet, « Les particules phosphates de la région de Tébessa (Algérie orientale) : abondance en éléments de terres rares (etr) et implication sur leur origine », 3<sup>ème</sup> Colloque International sur la Géologie du Sahara, Proceeding Volume No 01, 2015.

- [31] Tourkia Tahri, « Caractérisation et valorisation du minerai de phosphate de bled el-Hadba pour la fabrication de l'acide phosphorique », Thèse de doctorat, Université Tébessi Larbi-Tébessa, 2019.
- [32] D.V. Subba Rao, « *Mineral Beneficiation* », A Concise Basic Course, Book, India, 2011.
- [33] P. Blazy, R. Joussemet, « Concentration par gravité - Différentes technologies », *Opérations Unit. Génie Réaction Chim.*, Livre Techniques de l'Ingénieur, J 3 191, mars 2005, doi : 10.51257/a-v1-j3191.
- [34] E. M. El Ouardi, A. Zeroual, K. Khallouq, S. Darfi, et A. Jedaa, « Impact of Washing Followed by Calcination on the Quality of Bouchane Phosphate of Morocco », *Int. J. Des. Nat. Ecodynamics*, vol. 15, n° 4, p. 555-563, août 2020, doi : 10.18280/ijdne.150413.
- [35] A.-Z.M. Abouzeid, I.S. El-Jallad, M.K. Orphy, « Calcareous phosphates and their calcined products », *Minerals Science and Engineering*, p. 73-83., 1980.
- [36] S. Shariati, A. Ramadi, A. Salsani, « Beneficiation of Low-Grade Phosphate Deposits by a Combination of Calcination and Shaking Tables : Southwest Iran », *Minerals*, vol. 5, n° 3, p. 367-379, juin 2015, doi : 10.3390/min5030367.
- [37] V. Singh, T. Chakraborty, S. K. Tripathy, «A Review of Low Grade Manganese Ore Upgradation Processes», *Mineral Processing and Extractive Métallurgie Review*, 41(6), 417–438, 2019, <https://doi.org/10.1080/08827508.2019.1634567>.
- [38] P. Blazy, A. Bouhaouss, «Removal of organic matter in Moroccan Youssoufia phosphate by flash calcination », *Minerals and Metallurgical Processing*, Vol. 22, No. 2, pp. 107–115, 2005.
- [39] A.-Z.M. Abouzeid, « Physical and thermal treatment of phosphate ores : An overview », *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 85, No. 4, pp. 59–84, 2008.
- [40] Srdjan M. Bulatovic, « *Handbook of Flotation Reagents Chemistry, Theory and Practice : Flotation of Sulfide Ores* », vol. 1. Elsevier Science & Technology Books, 2007.
- [41] Barry A. Wills, « *Wills' Mineral Processing Technology* », Livre 8<sup>e</sup> éd. Elsevier, 2016.
- [42] Jian-Guo Zhang, « Factors affecting the kinetics of froth flotation », Doctoral Dissertation, University of Leeds, June 1989.
- [43] Y. Ruan, H. Dongsheng, C. Ruan, « Review on Beneficiation Techniques and Reagents Used for Phosphate Ores », *Minerals*, vol. 9, n° 4, p. 253, avr. 2019, doi : 10.3390/min9040253.
- [44] H. He, W. Yang, R. Li, L. Yu, «Study on flotation of scrubbed tailings from phosphate ore». *Ind. Miner. Process*, 11, 4–10.2015.
- [45] A. Sobhy, D. Tao, « Innovative RTS Technology for Dry Beneficiation of Phosphate », *Procedia Engineering* 83 111 – 121,2014. doi:10.1016/j.proeng.2014.09.020.
- [46] P. Blazy, E.A. Jdid, «Removal of ferriferous dolomite by magnetic separation from the Egyptian Abu Tartur phosphate ore», *Int. J. Min. Process.*, 49, 49–58, 1997.
- [47] « N. Bezzi, T. Aïfa, D. Merabet, J-Y. Pivan, «Magnetic properties of the Bled El Hadba phosphate-bearing formation (Djebel Onk, Algeria) : Consequences on the enrichment of the phosphate ore deposit». *J. Afr. Earth Sci*, 50, 255–267, 2006.
- [48] N. M. Khan, I. Ahmad, « Mineralogical characterization and evaluation of phosphate ore from Garhi Habib Ullah, District Mansehra, Khyber Pakhtunkwa, Pakistan », *Conference Proceedings*, 2016.
- [49] N. M. Khan, I. Ahmad, S. Hussain, J. Ahmed, « Beneficiation of Garhi Habib Ullah (Mansehra) Low Grade Phosphate by Gravity Separation » *Journal of Pakistan Institute of Chemical Engineers*, 45 (1): 83-89, 2017.
- [50] T.N. Aleksandrova, A.M. Elbendari, «Increasing the efficiency of processing phosphate ores by flotation method », *Notes of Mining Institute*, T. 248. C. 260-271,2021. DOI : 10.31897/PMI.2021.2.10.

- [51] Sh.A. Kurbonov, Sh. R. Samikhov, M. S. Ismoilova, L. G. Gorenkova, Z. K. Mukhiddinov, « Enrichment of Phosphorite ores», institute of Chemistry, XIV Numanov readings, Contribution of young scientistes to the developement of chemical science.
- [52] F. Ait Merzeg, N. Bezzi, «Optimisation of the flotation parameters on the enrichment of phosphate ore (Algeria) » Solid State Physics, Mineral Processing, 2019, DOI : 10.29202/nvngu/2019-3/4.
- [53] M. A. Bhatti, A. Ahad, K. R. Kazmi, U. Zafar, A. Amin, A. Akram, «Flotation Studies on Low-Grade Phosphate Rock of Tarnawai, District Abbottabad, KPK Province, Pakistan», Pakistan Journal of Scientific & Industrial Research Series A : Physical Sciences, 63(2), 101-111, 2020, <https://doi.org/10.52763/PJSIR.PHYS.SCI.63.2.2020.101.111>.
- [54] I. Aarab, M. Derqaoui, A. Abidi, A. Yaacoubi, K. El Amari, A. Etahiri, A. Baçaoui, «Direct flotation of low-grade Moroccan phosphate ores : a preliminary micro-flotation study to develop new beneficiation routes», Arabian Journal of Geosciences, 13, 1-11,2020, DOI : 10.1007/s12517-020-06279-6.
- [55] R. Salhi, D. Nettour, M. Chettibi, C. Gherbi, A. Bensehoub, et S. Bellucci, « Characterization of phosphate wastes of Djebel Onk mining complex for a sustainable environmental management », *Technol. Audit Prod. Reserv.*, vol. 3, n° 3(71), p. 11-19, mai 2023, doi : 10.15587/2706-5448.2023.278893.
- [56] Radouane GRAINE, « Synthèse et étude des propriétés structurales et physiques des Nanocristaux par co-implantation ionique »Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2016.
- [57] « Zhou, W., Apkarian, R., Wang, Z. L., Joy, D. Fundamentals of Scanning Electron Microscopy (SEM). Scanning Microscopy for Nanotechnology, 1–40.2006 doi : [https://doi.org/10.1007/978-0-387-39620-0\\_1](https://doi.org/10.1007/978-0-387-39620-0_1) ».

Annexe A : Résultats de l'EDS (Phosphate Beige)

Figure 4.23. Résultats du EDS (a : pellet )

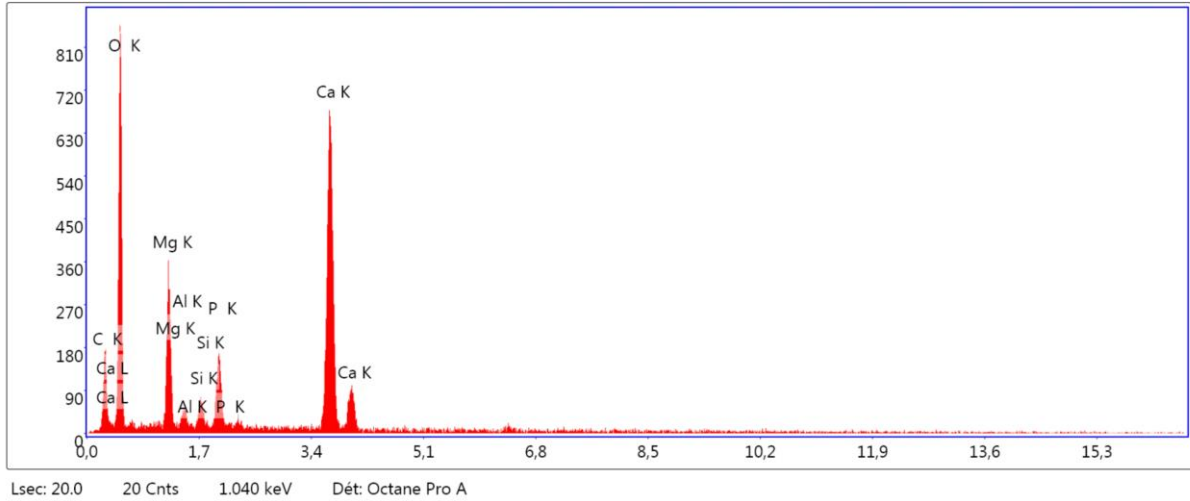
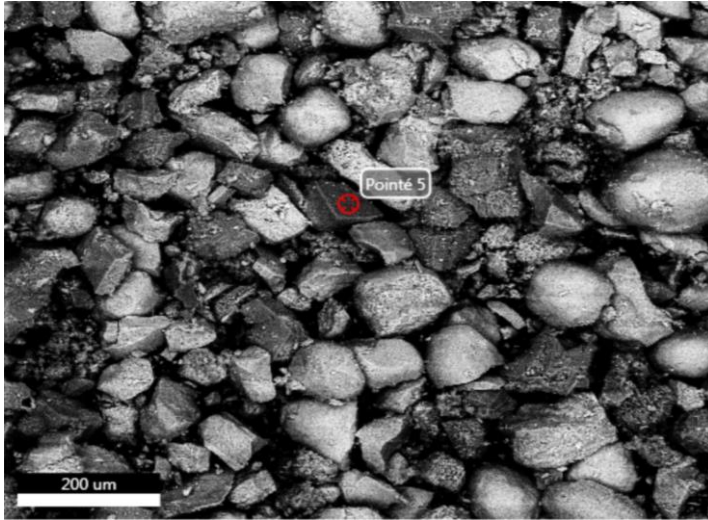


Lsec: 20.0 23 Cnts 1.070 keV Dét: Octane Pro A

**eZAF Résultats quantitatifs intelligents avec Oxydes**

Elément	% masse	de% atomique	Intensité totale	Erreur %	Kratio	Z	A	F
C O2	21.79	30.22	7.34	26.57	0.0153	1.0914	0.2392	1.0000
F 2O	7.75	8.76	12.50	20.65	0.0061	0.9786	0.1167	1.0000
Na 2O	1.42	1.40	5.51	37.89	0.0030	0.9599	0.2975	1.0032
Mg O	1.52	2.30	9.12	24.55	0.0039	0.9779	0.4445	1.0060
Al 2O3	1.39	0.83	9.62	21.68	0.0041	0.9431	0.5904	1.0108
Si O2	2.74	2.78	20.57	15.06	0.0089	0.9650	0.7165	1.0178
P 2O5	22.48	9.66	137.80	5.44	0.0738	0.9281	0.8079	1.0171
S O3	1.48	1.12	8.46	31.11	0.0046	0.9474	0.8073	1.0273
Ca O	39.44	42.92	313.59	2.76	0.2497	0.9171	0.9750	1.0049

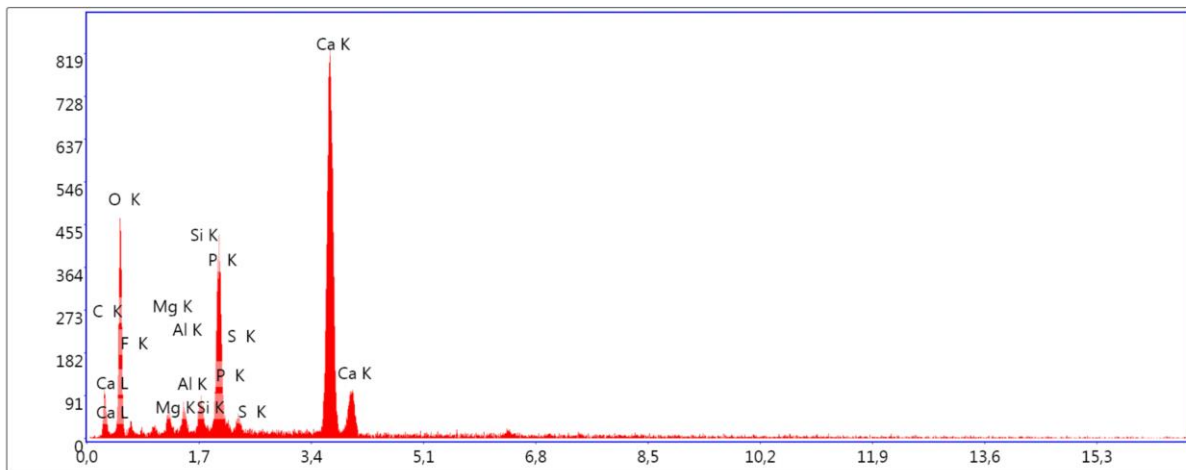
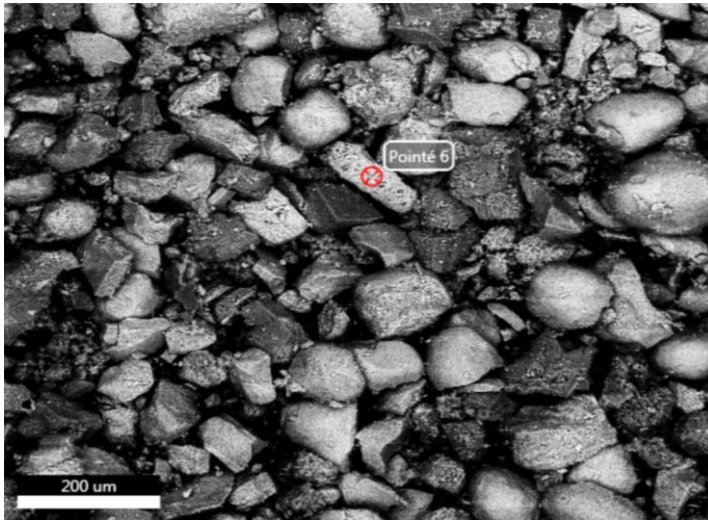
Figure 4.23. Résultats du EDS ( b : dolomite).



**eZAF Résultats quantitatifs intelligents avec Oxydes**

Elément	% masse	de% atomique	Intensité totale	Erreur %	Kratio	Z	A	F
C O2	42.21	48.48	24.92	15.57	0.0343	1.0742	0.2934	1.0000
Mg O	13.14	16.48	119.78	8.70	0.0342	0.9613	0.4729	1.0044
Al 2O3	1.55	0.77	14.42	21.18	0.0040	0.9269	0.5545	1.0079
Si O2	2.17	1.82	22.05	16.26	0.0063	0.9484	0.6828	1.0129
P 2O5	8.16	2.90	69.26	9.70	0.0244	0.9120	0.7835	1.0175
Ca O	32.77	29.54	377.96	2.55	0.1984	0.9009	0.9897	1.0063

Figure 4.23. Résultats du EDS ( c : débris osseux).



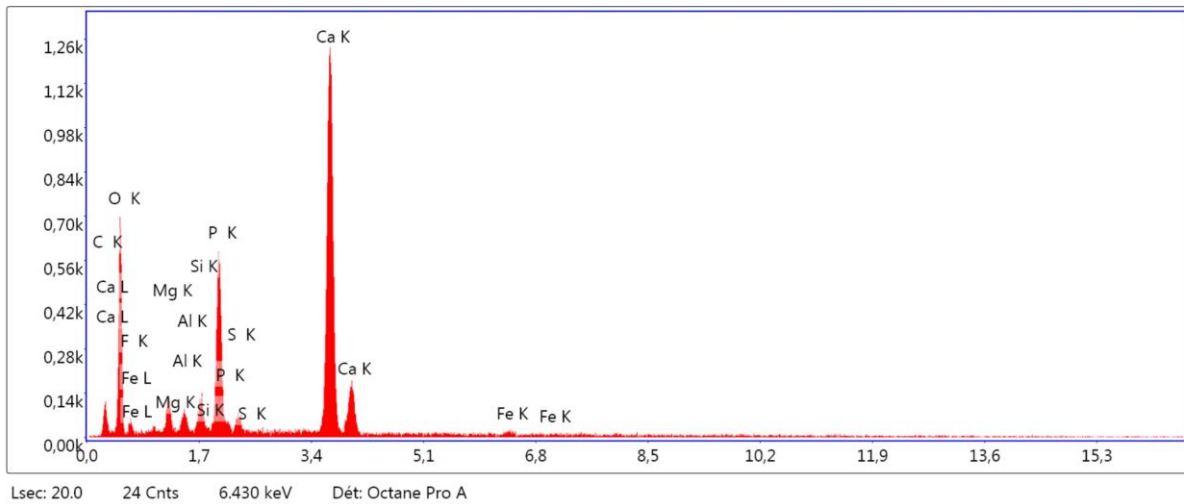
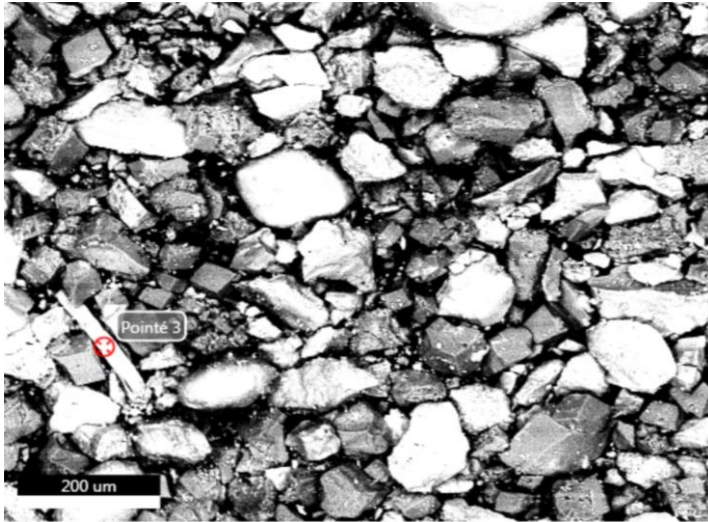
Lsec: 20.0 24 Cnts 1.040 keV Dét: Octane Pro A

**eZAF Résultats quantitatifs intelligents avec Oxydes**

Elément	% masse	de% atomique	Intensité totale	Erreur %	Kratio	Z	A	F
C O2	26.30	35.58	13.05	21.53	0.0203	1.0883	0.2503	1.0000
F 2O	5.05	5.56	11.09	21.10	0.0041	0.9758	0.1130	1.0000
Mg O	1.62	2.40	13.99	19.64	0.0045	0.9751	0.4520	1.0061
Al 2O3	1.75	1.02	17.35	16.90	0.0055	0.9404	0.5980	1.0108
Si O2	2.67	2.64	28.44	13.36	0.0091	0.9623	0.7216	1.0178
P 2O5	20.43	8.57	177.62	5.00	0.0707	0.9254	0.8123	1.0182
S O3	1.74	1.29	14.24	23.54	0.0057	0.9447	0.8170	1.0288
Ca O	40.44	42.93	454.41	2.46	0.2693	0.9145	0.9784	1.0048

**Annexe B : Résultats de l'EDS (Phosphate noir)**

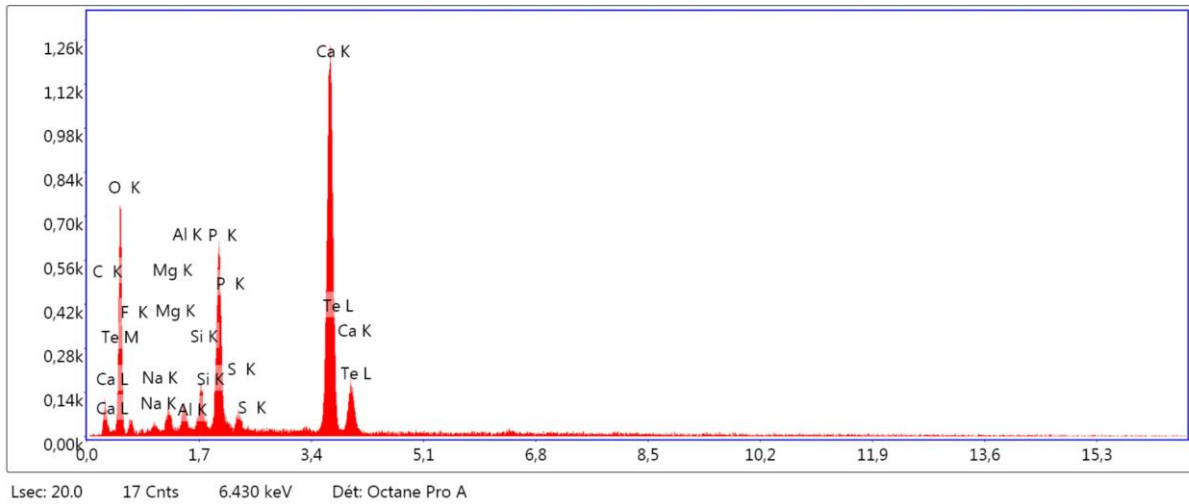
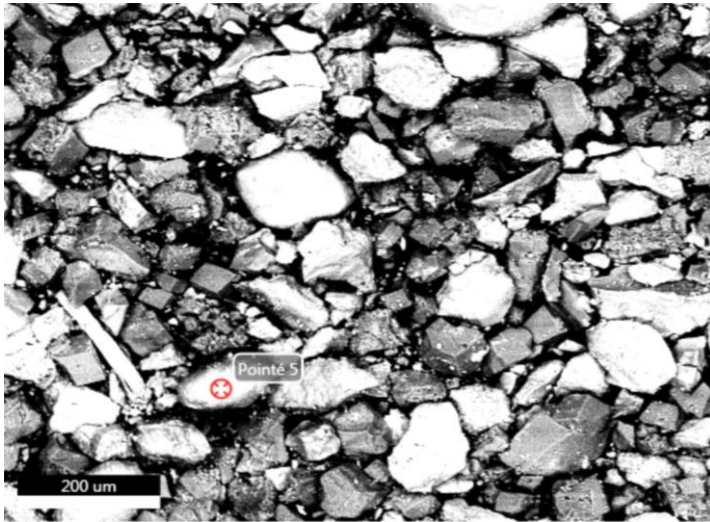
**Figure 4.38.** Résultats du EDS de mélange noir (d : débris osseux).



**eZAF Résultats quantitatifs intelligents avec Oxydes**

Elément	% masse	de% atomique	Intensité totale	Erreur %	Kratio	Z	A	F
C O2	16.25	22.95	10.22	25.08	0.0114	1.0982	0.2368	1.0000
F 2O	4.77	5.49	13.96	23.31	0.0037	0.9852	0.1136	1.0000
Mg O	3.22	4.97	36.25	13.31	0.0085	0.9848	0.4455	1.0062
Al 2O3	1.70	1.04	21.77	16.43	0.0050	0.9498	0.5818	1.0110
Si O2	2.99	3.09	41.50	11.43	0.0096	0.9721	0.7069	1.0182
P 2O5	21.85	9.57	248.73	4.84	0.0716	0.9349	0.7987	1.0190
S O3	2.07	1.61	22.16	17.04	0.0064	0.9544	0.8021	1.0300
Ca O	46.19	51.20	686.64	2.18	0.2941	0.9241	0.9725	1.0046
Fe 3O4	0.96	0.09	8.82	40.15	0.0057	0.8300	0.9716	1.0361

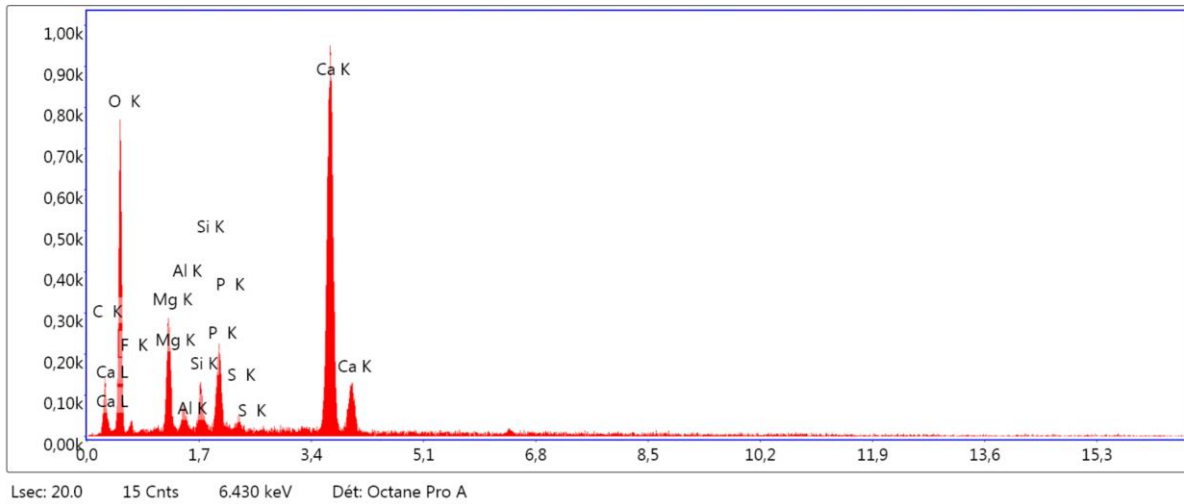
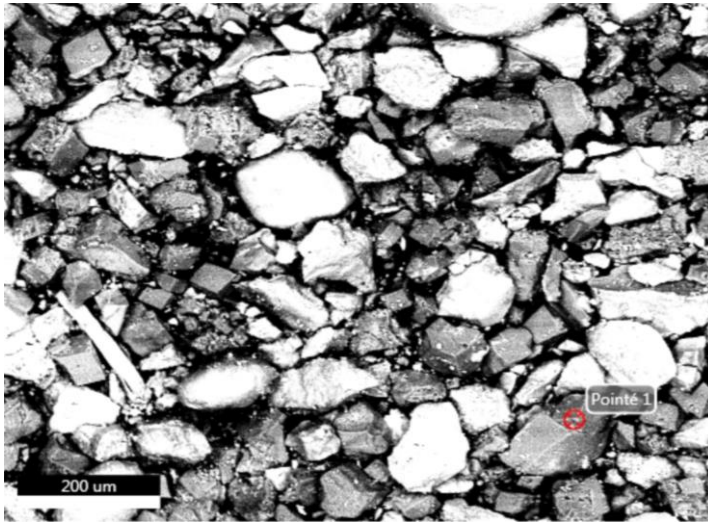
Figure 4.38. Résultats du EDS de mélange noir (e : coprolithe).



**eZAF Résultats quantitatifs intelligents avec Oxydes**

Élément	% masse	de% atomique	Intensité totale	Erreur %	Kratio	Z	A	F
C O2	16.21	23.72	10.92	24.30	0.0117	1.1064	0.2380	1.0000
F 2O	5.47	6.52	17.18	19.65	0.0044	0.9931	0.1143	1.0000
Na 2O	1.05	1.09	7.75	34.91	0.0022	0.9746	0.2852	1.0032
Mg O	2.20	3.51	25.34	14.42	0.0057	0.9931	0.4281	1.0059
Al 2O3	2.09	1.32	27.82	14.38	0.0061	0.9579	0.5673	1.0104
Si O2	3.73	3.99	53.90	10.60	0.0121	0.9805	0.6905	1.0168
P 2O5	21.65	9.82	256.77	4.98	0.0713	0.9431	0.7808	1.0176
S O3	2.26	1.81	25.30	16.90	0.0071	0.9629	0.7893	1.0276
Ca O	40.14	46.10	634.68	2.36	0.2622	0.9327	0.9667	1.0067
Te O2	5.21	2.10	37.37	19.22	0.0314	0.6950	1.0807	0.9971

Figure 4.38. Résultats du EDS de mélange noir ( f : dolomite).



**eZAF Résultats quantitatifs intelligents avec Oxydes**

Elément	% masse	de% atomique	Intensité totale	Erreur %	Kratio	Z	A	F
C O2	27.51	33.56	16.75	19.31	0.0214	1.0871	0.2739	1.0000
F 2O	4.36	4.33	10.70	23.16	0.0033	0.9747	0.1138	1.0000
Mg O	10.29	13.70	99.01	9.39	0.0265	0.9740	0.4558	1.0051
Al 2O3	1.91	1.01	19.39	17.85	0.0051	0.9393	0.5537	1.0091
Si O2	3.54	3.16	39.45	11.94	0.0105	0.9612	0.6803	1.0146
P 2O5	9.64	3.65	89.18	8.81	0.0295	0.9243	0.7750	1.0199
S O3	1.25	0.84	11.51	27.22	0.0038	0.9436	0.8247	1.0317
Ca O	41.51	39.75	522.06	2.29	0.2566	0.9134	0.9837	1.0048