



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIC ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
المدرسة الوطنية العليا للمناجم والمعادن - عمار العسكري - عنابة
ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES ET DE LA METALLURGIE
AMAR LASKRI- ANNABA

Département Génie Minier

Mémoire de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du Diplôme de Master

Domaine : Sciences Et Technologies

Filière : En Génie Minier

Option : Contrôle Des Terraines Avancé

Thème

Élimination de la matière organique par calcination des phosphates noirs enrichis par voie humide

Présenté par : **Bouzenada Nasreddine**

Encadré par : **Nettour Djamel**

Jury de Soutenance

GHOUCHE NE HAMID

MAA.ENSMM ANNABA

PRESIDENT

MEHTALI HOUDA

MAA.ENSMM ANNABA

EXAMINATEUR

NETTOUR DJAMEL

MCB.ENSMM ANNABA

ENCADREUR

Juillet 2021



Département Génie Minier

AUTORISATION DE DEPOT FINAL DU
MEMOIRE DE MASTER

Je soussigné (e) M. *Gouche Hamid*.....
Président(e) du jury de soutenance de mémoire de Master, déclare avoir autorisé
M. *Bouzenada Nassreddine*.....
à déposer son mémoire de Master après avoir apporté les corrections signalées
par les membres du jury.

Avis du Promoteur :

Avis de l'Examinateur :

Président du Jury

Remerciement

Je voudrais remercier, en premier ALLAH le tout puissant de m'avoir donné la puissance et la force nécessaire pour achever ce travail.

je tiens à adresser mes vifs remerciements et ma très haute estime à mon encadreur NETTOURE Djamel, ainsi que les membres du jury.

Je remercie Monsieur AMARA Bassam, responsable de laboratoire de contrôle qualité du complexe minier de Djebel Onk de m'avoir proposé ce sujet et de m'avoir accepté avec amabilité d'engager sa responsabilité pour diriger les travaux de ce mémoire.

Je remercie le corps professoral et les administrateurs de l'école nationale supérieure des mines et métallurgie, pour la richesse et la qualité de leur enseignement et qui font de grands efforts pour offrir à leurs étudiants une formation moderne.

Je tiens à remercier Monsieur; Gouasmia Tahar qui, en tant qu'est toujours montré à l'écoute et très disponible tout au long de la réalisation de ce mémoire, ainsi pour l'inspiration, l'aide et le temps qu'il est bien voulu nous consacrer et sans qui ce mémoire n'aurait jamais vu le jour.

Et enfin je tiens à remercier tous ceux qui, par leurs aides, encouragements et Soutiens, ont directement ou indirectement, contribué à la réussite de ce travail.

Dédicaces

A l'aide de Dieu tout puissant, qui trace le chemin de ma vie J'ai pu arriver à réaliser ce modeste travail, que je le dédie : A mes parents « AHMED » et « LAALIA » qui ont

toujours veillé sur moi A mes frères

« CHOUAB, MOHAMMED, ANIME »

et mes sœurs

« MEN, MARIAM »

A tous mes Amis. A toute la promotion de génie minier.

Nasreddine

ملخص

ان الفوسفات من منطقة جبل العنق هي جزء من مجموعة واسعة من رواسب الفوسفات التي تشكلت في أواخر العصر الطباشيري الإيوسين على الشواطئ الجنوبية والجنوبية الشرقية يتم استغلال هذه التركيزات من الاهتمام الاقتصادي بالقرب من مدينة بير العاتر شركة صوميفوس (ولاية تبسة) التابعة للشركة الوطنية التابعة للمجموعة فيرفوس.

في هذا الموجز، درسنا درجة حرارة المعالجة الحرارية للفوسفات الاسود والمعالج بالطريقة الرطبة كهف السنون وتأثير درجة الحرارة على المواد العضوية، هدفنا هو تحسين تأثير هذا العلاج على الخصائص الكيميائية والفيزيائية والمعدنية لمختلف العناصر الرئيسية (CO_2 ، P_2O_5 ، MgO). على مستوى المختبر للشركة صوميفوس في فرن كاتم حيث يتم تسخين الخام إلى ما دون نقطة انصهاره إما في غياب الهواء أو بكميات محدودة. وتستخدم هذه الطريقة عادة لتحويل الكربونات والهيدروكسيدات إلى أكاسيد كل منها.

الكلمات المفتاحية ;

فوسفات؛ تكليس. جبل اونك المعالجة الحرارية ، التحليلات الفيزيائية والكيميائية. الخام

Résumé

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

Dans ce mémoire, nous avons étudié la température de traitement thermique de phosphate noire débourbé soit voie humide de Kef Es Sennoun humide et l'influence de température sur les matières organiques, notre objectif est d'optimiser l'influence de ce traitement sur les caractéristiques chimique, physique et minéralogique des différents éléments majeurs (MgO, P₂O₅, CO₂). Au niveau de laboratoire de l'entreprise SOMIPHOS en four à moufle

Le minerai est chauffé jusqu'à dessous de son point de fusion soit en absence d'air, soit en quantité limitée. Cette méthode est couramment utilisée pour convertir les carbonates et hydroxydes en leurs oxydes respectifs

Mots clés

Phosphate ; Calcination ; Djebel Onk ; Traitement Thermique, , Analyses Physico-Chimique ; Minerai

Abstract

Phosphates from the Jabal al-Anq area are part of a wide range of phosphate deposits formed in the late Cretaceous Eosin on the southern and southeastern shores, exploiting these concentrations of economic interest near the city of Bir Al-Attar. Sumivos (State of Tebessa) is a subsidiary of the national subsidiary of the Group Vervos.

In this summary, we studied the temperature of the thermal treatment of black phosphate and the wet-treated cave of the years and the effect of temperature on organic matter, our goal is to improve the effect of this treatment on the chemical, physical and mineral properties of various key elements (MgO, P₂O₅, CO₂). At the laboratory level of the company SOMIPHOS in a muffle furnace, the ore is heated below its melting point either in the absence of air or in limited quantities. This method is commonly used to convert carbonate and hydroxides into oxides each.

Keywords: Phosphate, Djbel Al-Onk, Heat Treatment, Physical-Chemical Analyzes; Ore

Table des matières

Remerciement	I
Dédicaces	II
Résumé	IV
LISTES DES FIGURES	VIII
LISTES DES TABLEAUX	IX
Introduction Générale	1
Chapitre I : Etude bibliographique sur les phosphates	3
I. 1. Introduction.....	4
I.2. Généralités sur le minerai de phosphate.....	4
I.2. 1.Origine et formation des gisements du phosphate	4
I. 2.2. Phosphate d'origine sédimentaire	4
I. 2.3. Les différents types de phosphates.....	4
I.3. Caractéristiques générales des phosphates.....	5
I.3.1. Caractéristiques pétrographiques.	5
I. 3. 2. Caractéristiques minéralogiques.	5
I. 4. Domaine d'utilisation.....	5
I. 5. Généralité sur le gisement de Djebel Onk.....	6
I.5.1. Historique et méthodologie des recherches géologiques	6
I.5.2. Organisation de l'entreprise :	7
I.5.3. Situation géographique.....	7
I.5.4. Géologie de gisement.....	9
I.5.5. La qualité de phosphate de Djebel Onk	11
I.6. Généralités sur le gisement de Kef Es Sennoun.....	12
I.6.1. Aperçu géologique	12
I.6.2. Nature et composition du minerai de phosphate.	13
I.6.3. Composition chimique	14
I.6.4. Les teneurs et les réserves géologiques.....	14
I.7. Conclusion	16
Chapitre II : la présentation de la méthode de calcination	17
II.1. Introduction.....	18
II.2. La chimie des phosphates durant la calcination.....	18
II.2.1. Historique et définition.	18
II.2.2. Nouvelle approche de la technologie de traitement et de calcination.....	19
II.3. Traitement thermique contrôlé de matériaux inorganiques.	19
II.4. Nouvelle approche de la technologie de traitement et de calcination.....	19
II.4.1. Sans combustibles fossiles. Propulsé par l'électricité.	20

II.5. Propriétés de la Calcination.	21
II.5.1. Les fours à moufle.	21
II.5.2. Les fours à réverbère ;	22
II.6. Critères de qualité des concentrés phosphatés.	22
II.6.1. Traitement par voie thermique.	22
II.7. Comportement des polluants durant la calcination.	23
II.7.1. Répartition des métaux lourds.	23
II.7.2. Emission des polluants.	23
II.7.3. Les émissions des polluants pendant le traitement thermique.	23
II.8. Utilisation de la calcination.	24
II.9. Conclusion	25
Chapitre III : Etude De Cas Sur La Calcination De Phosphate Noire Débourbé.....	26
III.1. Introduction.	27
III.2. Composition chimique et minéralogique des phosphates de Djbel Onk	27
III.3. Perte au feu.	27
III.4. Chaîne de traitement par voie humide.	28
III.4.1. Secteur de préparation mécanique [24]	28
III.4.1.1 Concassage	28
III.4.1.2. Broyage	28
III.4.1.3. Criblage	28
III.4.2. Débourbage	29
III.4.3. Séchage.....	29
III.5. Partie expérimentale	31
III.5.1. L'expérience de calcination de phosphate noire débourbé au niveau de laboratoire de l'usine de mine Djebel Onk.....	31
III.5.2. L'opération de calcination.....	32
III.6. Analyse physico-chimique.	34
III.7. Calcule et résultats.....	35
III.7.1. La perte au feu au degré 400 C°	35
III.7.2. La perte au feu au degré 500 C°.....	36
III.7.3. La perte au feu au degré 600 C°	37
III.7.4. La perte au feu au degré 700 C°	38
III.7.5. La perte au feu au degré 800 C°	39
III.7.6. La perte au feu au degré 900 C°	40
III.8. Interprétation des résultats.....	41
Conclusion.....	41
Conclusion générale.....	42

LISTES DES FIGURES

<i>Fig. I. 1, Group FERPHOS ET SOMIPHOS.</i>	7
<i>Fig. I. 2, Organisation de SOMIPHOS.</i>	7
<i>Fig. I. 3, Carte de situation géographique de Djebel Onk.</i>	9
<i>Fig. I. 4, Situation géologique des gisements de phosphate de la région du djebel-Onk</i>	10
<i>Fig. I. 5, Coupe stratigraphique de la série phosphatée de Djebel Onk</i>	13
<i>Fig. I. 6, Les cartes des iso- teneurs en P₂O₅ et MgO en % du gisement de K.E.S. [12]</i>	15
<i>Fig. II. 1, Equipements Spirajoule</i>	20
<i>Fig. II. 2, Four à moufle [18].</i>	21
<i>Fig. II. 3, Four réverbère. [18].</i>	22
<i>Fig. III. 1, Schéma technologique de l'atelier dépoussiérage (+0.01-0.1) mm (66/68) % TPL</i>	29
<i>Fig. III. 2, Schéma technologique du débouillage et l'atelier séchage</i>	30
<i>Fig. III. 3, Opération De quartage (Le phosphate noire débouillé) Sortie voie humide</i>	31
<i>Fig. III. 4, mesure de l'humidité</i>	32
<i>Fig. III. 5, représente 4 échantillons calciné à 900C° dans diverses durées de 5 à 20 minute</i>	32
<i>Fig. III. 6, Four à moufle au niveau de laboratoire de Djebel Onk</i>	33
<i>Fig. III. 7, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination a degré 400 C°</i>	35
<i>Fig. III. 8, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination a degré 500 C°</i>	36
<i>Fig. III. 9, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination a degré 600 C°</i>	37
<i>Fig. III. 10, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination a degré 700 C°</i>	38
<i>Fig. III. 11, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination a degré 800 C°</i>	39
<i>Fig. III. 12, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination a degré 900 C°</i>	40

LISTES DES TABLEAUX

<i>TAB. I. 1, Comparatif de la composition chimique et minéralogique des différentes</i>	<i>11</i>
<i>TAB. I. 2, Composition minéralogique de Phosphate de gisement Kef Essennoun. [8]</i>	<i>14</i>
<i>TAB. I. 3, Le tableau (I.3) ci-dessous représente les ressources géologiques des différentes catégories)</i>	<i>15</i>
<i>TAB. III. 1, les résultats de la perte au feu au degré 400 C°</i>	<i>35</i>
<i>TAB. III. 2, les résultats de la perte au feu au degré 500 C°</i>	<i>36</i>
<i>TAB. III. 3, les résultats de la perte au feu au degré 600 C°</i>	<i>37</i>
<i>TAB. III. 4, les résultats de la perte au feu au degré 700 C°</i>	<i>38</i>
<i>TAB. III. 5, les résultats de la perte au feu au degré 800 C°</i>	<i>39</i>
<i>TAB. III. 6, les résultats de la perte au feu au degré 900 C°</i>	<i>40</i>

Introduction Générale

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

Les phosphates Algérien est une ressource minière la plus exploitée, elle est considérée comme une source importante de devise et comme un élément capital du secteur minier d'autre part. Les gisements de Djebel Onk sont classés parmi les grands gisements dans le monde. Notre pays est très riche en ressources naturelles. Le potentiel minier est considérable, des efforts gigantesques ont été fournis dans ce domaine par l'Algérie et en particulier dans la recherche et la prospection et dans l'exploitation des ressources naturelles. Le développement des industries lourdes et légères est étroitement lié à la production et à la qualité des produits finis [1].

L'industrie minière qui se base sur l'extraction et traitement des différents minerais, influe abondamment sur le développement de l'économie nationale. Parmi ces minerais les phosphates qui sont en général des dépôts sédimentaires sous formes d'apatite du fluor, de l'hydroxyle ou du chlore $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3 (\text{F}, \text{OH}, \text{Cl})_2$, occupent une place prépondérante. Ils se trouvent une large utilisation dans divers domaines, notamment dans l'industrie des engrais et la fabrication de l'acide phosphorique, qui constitue 80 à 90% de la consommation mondiale des phosphates. D'autres secteurs, tels que : l'industrie des peintures, les céramiques, les produits cosmétiques, pharmaceutiques [2].

Dans le cadre de ce travail, nous nous sommes intéressés aux phosphates (Le produit noir débouillé par voie humide), Le concentrateur de phosphate obtenu par voie humide issu du gisement de djebel Onk qui présente des caractéristiques géologiques favorables et un potentiel de réserve en phosphates considérable. L'objectif principal visé est d'éliminer les matières organiques dans le phosphate par traitement thermique pour une meilleure qualité exactitude possible leurs comportements minéralogique, chimique et thermique de manière à orienter les opérations de traitement en vue de leur exploitation optimale.

Le chapitre I ce chapitre est consacré à l'étude bibliographique sur les phosphates naturels : les caractéristiques pétrographiques et minéralogiques, la qualité. Les domaines d'utilisation des phosphates.

Le chapitre II présente la méthode de calcination (décomposition thermique) des phosphates.

Le chapitre III ce dernier porte sur l'étude de cas : la calcination de phosphate noire débouillé suivie des résultats et discussion.

On termine par une conclusion générale et les références bibliographiques.

*Chapitre I : Etude
bibliographique sur les
phosphates*

I. 1. Introduction

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

I.2. Généralités sur le minerai de phosphate

I.2. 1. Origine et formation des gisements du phosphate

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

I. 2.2. Phosphate d'origine sédimentaire

Le minerai phosphaté se classe en deux groupes : La famille de l'apatite et les phosphorites. Ces derniers se classent par type de minéral, par texture, par structure, par nature de l'exo gangue et surtout par leur richesse en P_2O_5 qui doit être supérieur à 17%. La classification industrielle classe trivialement les phosphates selon leur teneur utile en P_2O_5 . D'autres composés, généralement sans valeur économique, peuvent être associés au minerai phosphaté. Ils sont séparés en deux fractions [3].

I. 2.3. Les différents types de phosphates.

Différentes variétés de phosphate peuvent se répartir sous plusieurs formes :

A. Phosphate en grains.

Ce sont les plus répandus. La taille des grains est variable : en moyenne de quelques millimètres. La forme est également variable, la couleur la plus répandue est le jaune ou le brun. Les grains peuvent être amorphes ou cristallisés.

B. Phosphate en débris.

Le type de phosphate le plus frappant, mais relativement rare, il est formé de débris phosphatés : dents, écailles de poissons, ..., etc. La morphologie initiale est aisément reconnaissable au microscope. Ces débris peuvent être soit amorphes, soit cristallisés et les grains sont emballés dans un ciment, plus ou moins abondant.

C. Phosphate en nodules.

Le phosphate épigénie une partie de la roche dans laquelle il est inclus, on trouve ainsi des nodules de couleur jaune dans la craie de l'Artois. Au lessivage de cette craie phosphatée à donner lieu à de petite concentration superficielle de sables phosphatés qui ont été exploités, vers l'utilisation du phosphate [4].

I.3. Caractéristiques générales des phosphates.

I.3.1. Caractéristiques pétrographiques.

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

- Fine et homogène (100 à 20 μm phospharénites fines).
- Moyenne et hétérogène (300 à 50 μm phospharénites).
- Grossière et hétérogène (800 μm à 0,3 mm phospharénorudites).

I. 3. 2. Caractéristiques minéralogiques.

Une analyse du P₂O₅ total d'un minerai potentiel n'est pas un critère sûr pour estimer la teneur en apatite et évaluer un gisement de phosphate. Les minéraux accessoires non phosphatés les plus communs liés aux phosphates naturels (PN) sédimentaires sont le quartz, les argiles et les carbonates (dolomie et calcite). Les PN à ciment carbonaté sont particulièrement remarquables en raison de leur abondance.

I. 4. Domaine d'utilisation

- ❖ Les phosphates présentent un domaine d'utilisation très varié à l'échelle industrielle ; 80 à 90% de la production est utilisée dans les engrais et dans la fabrication de l'acide phosphorique [5].
- ❖ Dans les engrais, il apporte ses qualités fertilisantes particulières.

- ❖ Dans l'alimentation, il est employé pour les propriétés spécifiques du P₂O₅ dans le métabolisme.
- ❖ Dans les détergents, on l'utilise pour les propriétés séquestrâtes, chélatantes de P₂O₅.
- ❖ Dans les textiles, les plastiques et le traitement du bois
- ❖ Utilisés pour le nettoyage et la protection ou revêtement anticorrosion.
- ❖ En chimie et dans le pétrole, le phosphore permet la fabrication de dérivés intermédiaires particulièrement actifs (sulfures, chlorures, oxydes, ...).
- ❖ Il est aussi utilisé dans des applications secondaires dans de très nombreux secteurs industriels : cimenterie, pigments, allumettes, émailleries, ... [6].

I. 5. Généralité sur le gisement de Djebel Onk

I.5.1. Historique et méthodologie des recherches géologiques

Les travaux sur les phosphates Algéro-tunisiens ont débuté au 18^{ème} siècle par Philippe Thomas qui a découvert des couches de phosphate à Rass-El- Ajoun au Sud-ouest de la Tunisie en 1873.

L'ouverture de la carrière de Djebel. Dyr se fait en 1893. Durant cette période, l'exploitation commença aussi au niveau du Kouif. Cependant, les conditions d'exploitation et les teneurs faibles en phosphore entraînent l'abandon de Djebel. Dyr(en 1908) et ce n'est que la mine d'El Kouif qui continua à fournir l'essentiel de la production. [8.9].

Durant la période 1906-1907, M. Joleau a découvert le gisement de Djebel Onk avec la mise en évidence de deux couches phosphatées à Djemi-Djema au Sud de Djebel Onk. Le gisement de Kouif a été exploité par la Société des Phosphates de Constantine, où la production a atteint 157000 tonnes en 1918 (publications de la Société des phosphates).

Visse (1951) a étudié ce gisement de phosphate avec beaucoup de détails relatifs à la stratigraphie. La Société Nationale de la Recherche Minière (SONAREM) a repris l'exploitation du gisement d'El Kouif dès l'indépendance (1963) et ce jusqu'à la fermeture de la mine en 1979. [10].

SOMIPHOS (Société des Mines de Phosphates) **Filiale de FERPHOS group**. Créée en janvier 2005, suite à la réorganisation de FERPHOS spa, SOMIPHOS est une société par action à capital public, détenu à 100% par FERPHOS group. Elle a pour objet la recherche, l'exploitation, l'enrichissement, la transformation, le transport et la commercialisation des phosphates et produits connexes ou analogues.



Fig. I. 1, Group FERPHOS ET SOMIPHOS.

I.5.2. Organisation de l'entreprise :

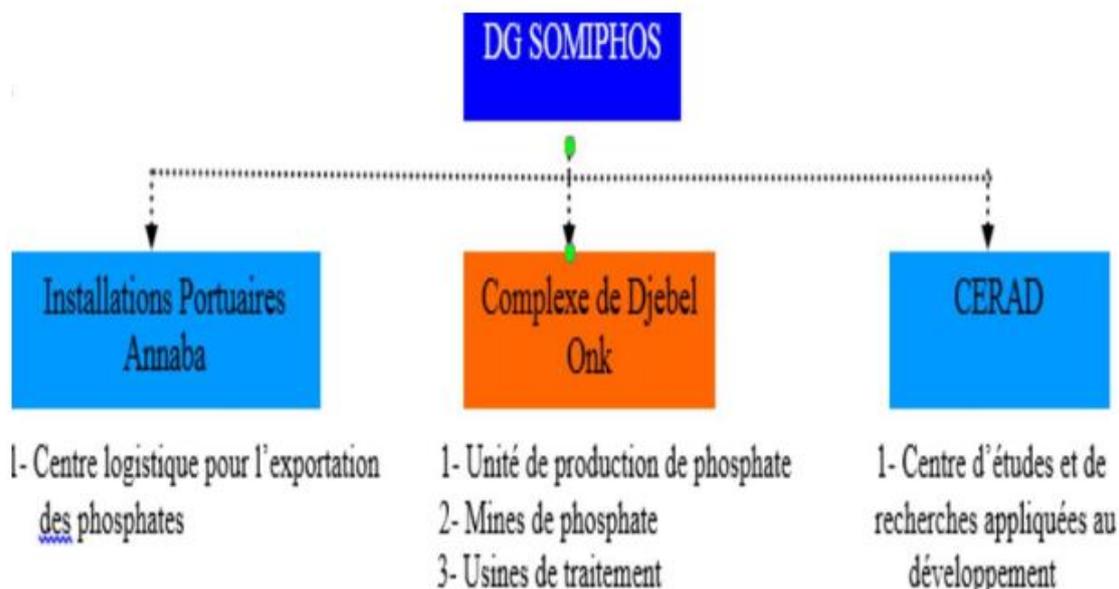


Fig. I. 2, Organisation de SOMIPHOS. [10].

I.5.3. Situation géographique

La région de Djebel Onk est située au sud-est de l'Algérie, à 100 Km de la wilaya de Tébessa et à 20Km de la frontière Algéro-tunisienne, sur la route qui relie Tébessa à El Oued.

Cette région constitue la limite géographique naturelle entre les hauts plateaux constantinois et le domaine saharien.

Ce bassin minier renferme plusieurs indices et quatre gisements :

- Djemi-Djimi
- Djebel Onk Nord
- Bled Hadba
- Oued Betita
- Kef Essennoun

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

Le bassin de Djebel Onk appartient à la zone de climat subdésertique caractérisée par deux saisons très nettes : un hiver froid et rigoureux et un été chaud où la température peut dépasser 45°. La pluviométrie accuse des chiffres très faibles et le réseau hydrographique est rarement mis à contribution. L'inconvénient majeur réside précisément dans la brutalité des averses d'orage qui déchaînent les vallées descendantes de Djebel Onk. [11]

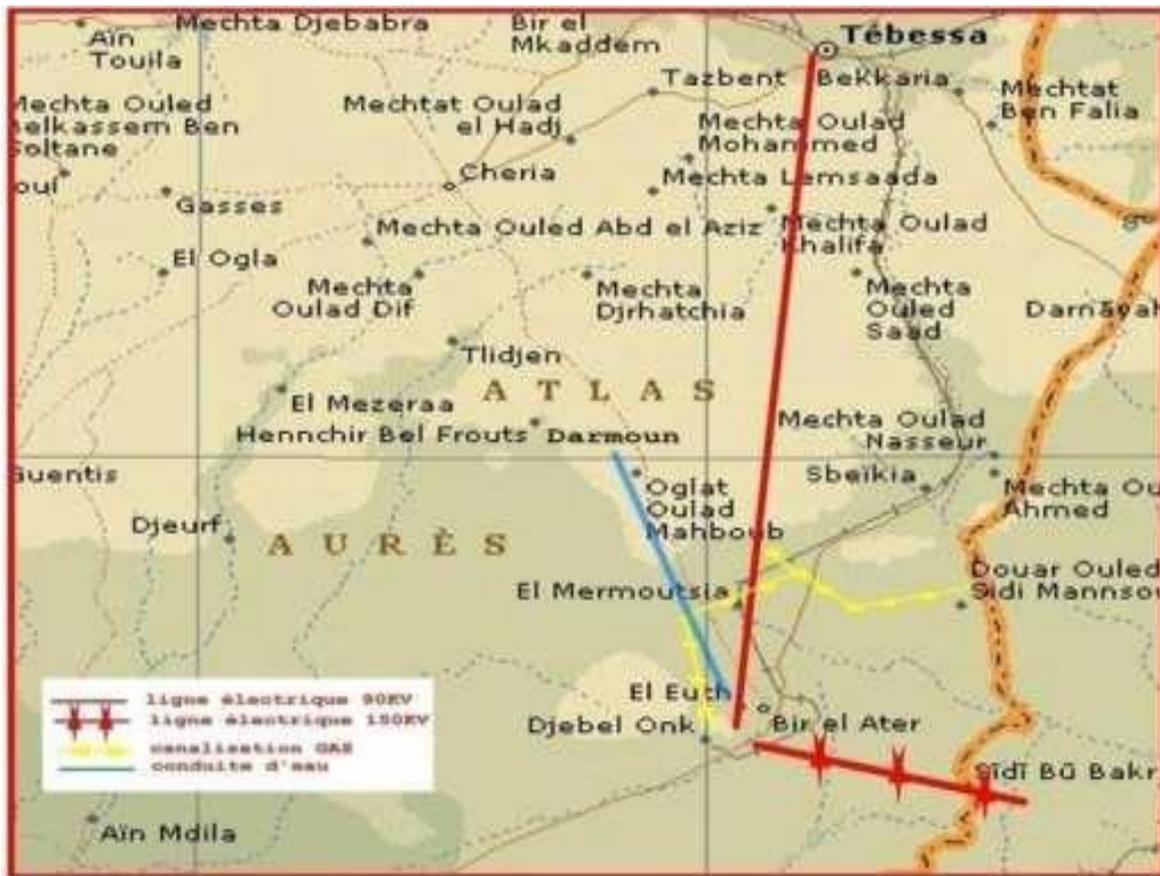


Fig. I. 3, Carte de situation géographique de Djebel Onk. . [19].

I.5.4. Géologie de gisement

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

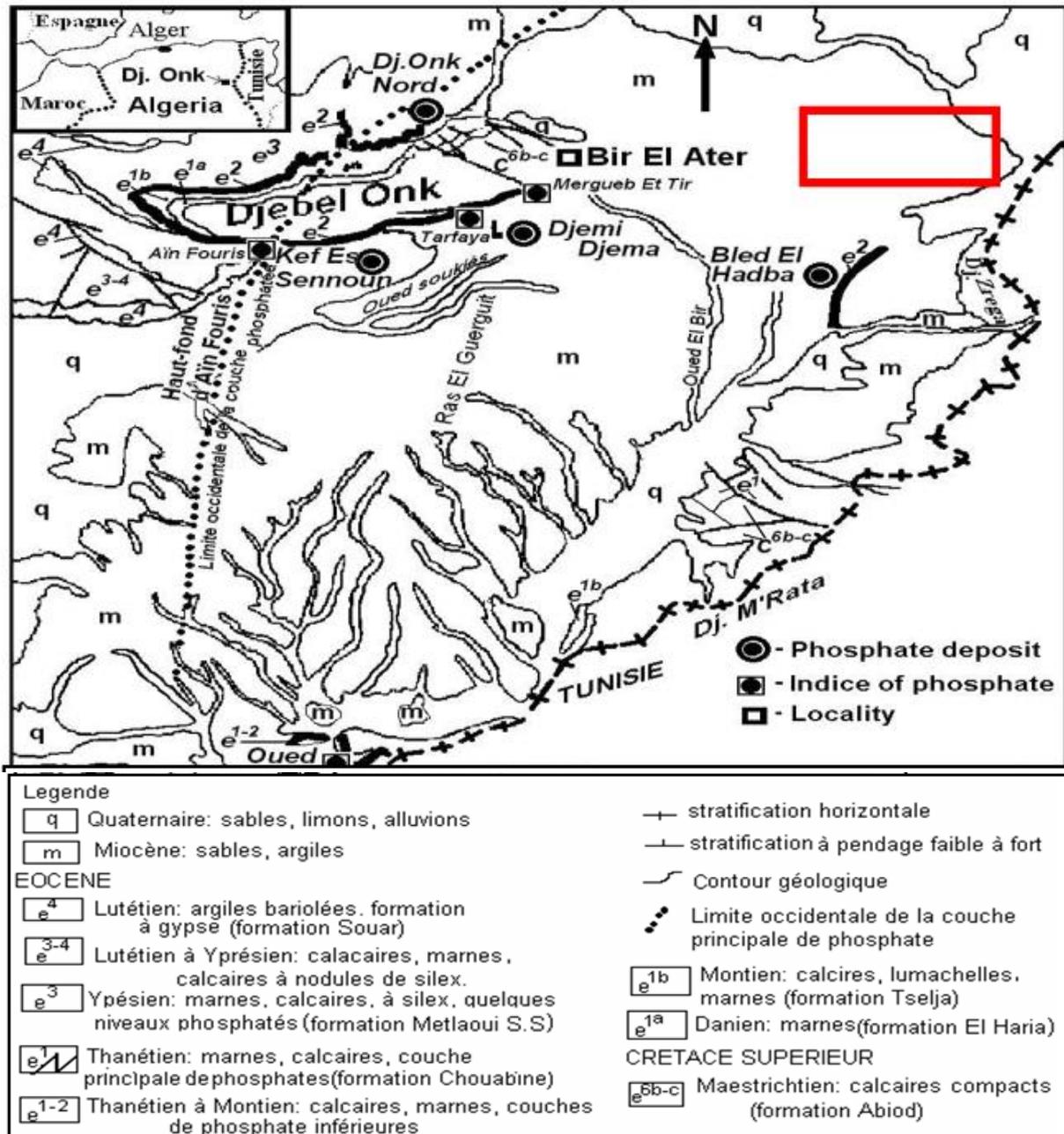


Fig. I. 4, carte géologique des gisements de phosphate de la région du djebel-Onk. [6].

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

I.5.5. La qualité de phosphate de Djebel Onk

La valeur du minerai s'exprime par sa teneur en tricalcique de phosphate (%TPL) ou en P_2O_5 Tel que : $TPL = \% P_2O_5 * 2,185$. Actuellement SOMIPHOS ne produit que deux (02) qualités : (63-65%), (65,68%) TPL. [12]

TAB. I. 1, Comparatif de la composition chimique et minéralogique des différentes origines de phosphate. [12]

Echantillon	% P_2O_5 dans le phosphate	% P_2O_5 dans l'apatite	% apatite dans le phosphate	% total de la gangue
Marocain (Youssoufia)	32,13	37,75	85,11	14,89
Tunisien	28,80	34,70	83,00	17,00
Algérien (tout venant)	27,30	36,67	74,45	25,55
Algérien (63/65% TPL-N)	29,00	36,67	79,08	20,92
Algérien (63/65% TPL-Sp)	30,00	36,67	81,81	18,19
Algérien (63/65% TPL-TPL)	30,20	36,67	82,36	17,64
Nord de la Florida	32,50	35,30	92,07	7,93

I.5.6. Les différents gisements de phosphates de djebel Onk

La région de Djebel Onk présente une série de sept gisements qui sont soumis à l'expertise ; trois sont attenants à l'exploitation (Djemi Djema est et ouest Et Kef ES Sennoun) et trois en sont éloignés de 6 à 35 Km (Djebel Onk nord, Bled el Hadba, Oued Betita)

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

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

I.6. Généralités sur le gisement de Kef Es Sennoun

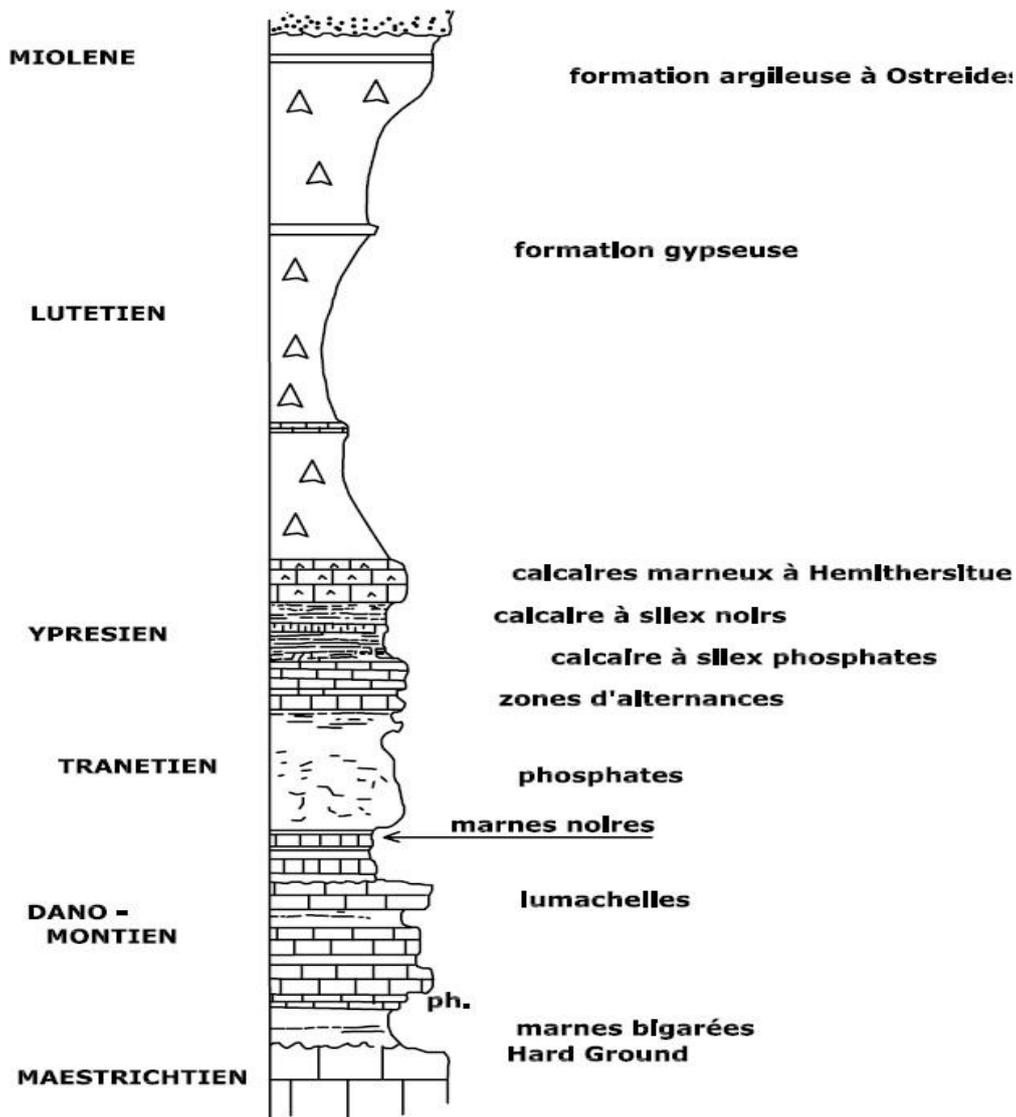
I.6.1. Aperçu géologique

Le gisement de Kef Es Sennoun, est situé sur le flanc méridional de l'anticlinal Crétacé de Djebel Onk. Au Nord, on aperçoit les dressants de Kef Essennoun, qui plongent monoclinalement vers le sud-ouest, sous un angle de 10 à 15°. A plan structural, le gisement de Kef Es Sennoun peut être assimilé au prolongement du synclinal de Bled Djemi Djema. Du point de vue lithologique, le gisement de Kef Es Sennoun, est identique à celui du gisement de Djemi Djema, se distingue de ce dernier, par l'importance de la puissance de la couche phosphatée, qui atteint les 50 m.

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

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

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



Echelle : 1/2000

Fig. I. 5, Coupe stratigraphique de la série phosphatée de Djebel Onk [26].

I.6.2. Nature et composition du minerai de phosphate.

Le minerai phosphaté se classe en deux groupes : La famille de l'apatite et les phosphorites. Ces derniers se classent par type de minéral, par texture, par structure, par nature de l'exo gangue et surtout par leur richesse en P_2O_5 qui doit être supérieur à 17%. La classification industrielle classe trivialement les phosphates selon leur teneur utile en P_2O_5 . D'autres composés, généralement sans valeur économique, peuvent être associés au minerai phosphaté. Ils sont séparés en deux fractions

TAB. I. 2, Composition minéralogique de Phosphate de gisement Kef Essennoun. [8]

Composition minéralogique	%poids
Eléments phosphatés (matières phosphatée et endogangue)	82
Exogangue	
-carbonatée : dolomie (Ca Mg (CO ₃) ₂)	10.5
-Calcite : CaCO ₃	0.5
-Sulfatée : Gypse (CaSO ₃)	0.7
-Siliceuse : Quartz (SiO ₂ .)	0.5
-Feldspaths, glauconite, minéraux argileux.	4.5
-divers oxydes et matière organique	1.3
Total	100

I.6.3. Composition chimique

En analysant les teneurs des minerais nous distinguons deux formations bien marquées : Au sommet et à la base de la formation phosphatée les teneurs en phosphate sont faibles (<20%). La partie médiane de la formation qui représente près de 70% de la puissance utile offre un minerai du type 27 à 30 %. L'ensemble de la formation phosphatée riche présente des taux en Fe₂O₅ et Al₂O₃ équivalent à 1 et 1.5%, les matières siliceuses sont généralement assez faibles environ 2% et sont dues à la présence de quartz détritique et aux minéraux argileux, les teneurs en CO₂ ne passent pas 10%, la teneur en CaO est environ 46,60%. [12]

Les MgO est toujours faible et présente des taux inférieurs à 4%, le rapport CaO/P₂O₅ = 1.76.

I.6.4. Les teneurs et les réserves géologiques

Les moyennes des teneurs en P₂O₅ sont assez constantes sur toute l'étendue du gisement et oscillent entre 25.05 et 27.94 %. Les moyennes en MgO sont faibles et constantes pratiquement sur toute l'étendue du gisement, elles sont comprises entre 2 et 3% avec une moyenne générale 2.61%

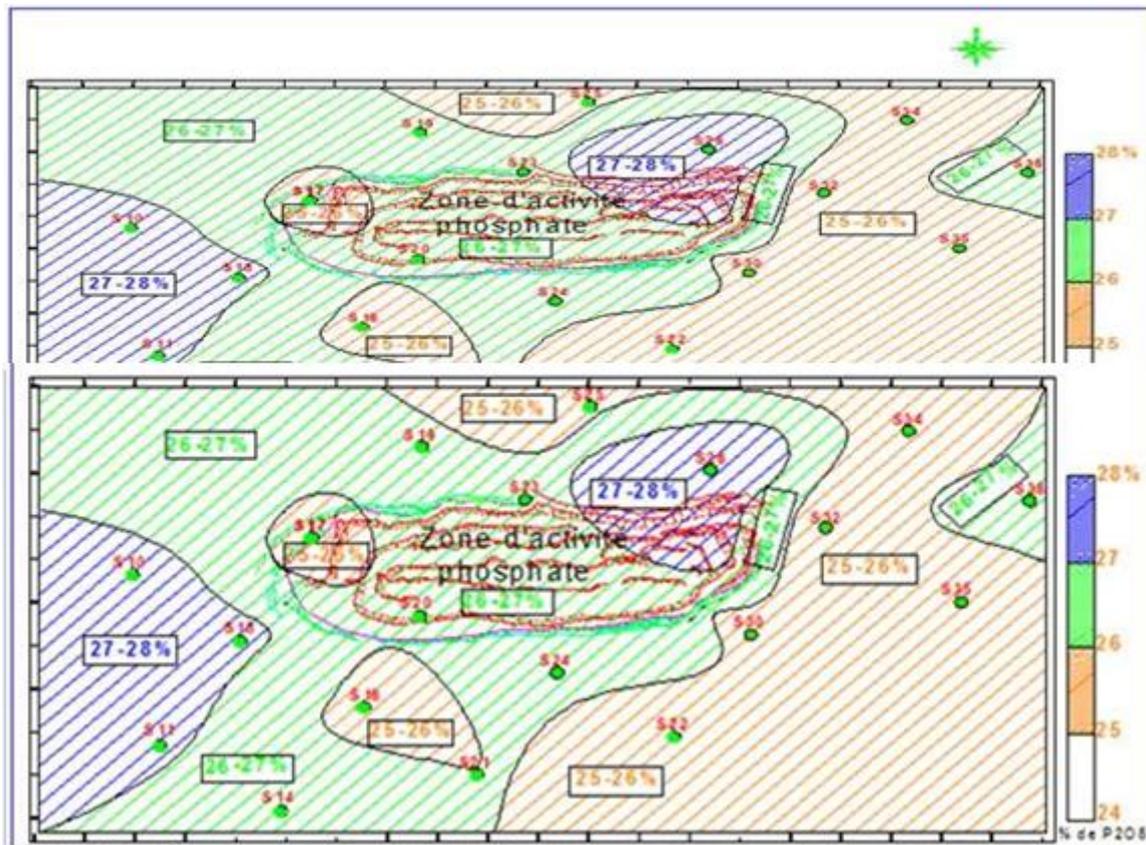


Fig. I. 6, Les cartes des iso- teneurs en P2O5 et MgO en % du gisement de Kef Es Sennoun.. [26]

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

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

TAB. I. 3, Le tableau (I.3) ci –dessous représente les ressources géologiques des différentes catégories) [26].

Gisement	Catégorie	Carrière T D < 4.5	S/terrain T D > 4.5	Total (T)	Hypothétique (T)	Total (T)
Kef- Essenoun	B	16340625.1	/	312406253,1	188 500 000	50090625.1
	C1	/	50 000000			
	C2	14000 000	85 000000			

I.7.Conclusion

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

Les gisements de Djebel Onk sont classés parmi les grands gisements dans le monde. Notre payés est très riches en ressources naturelles. Le potentiel minier est considérable, des efforts gigantesques ont été fourni dans ce domaine par l'Algérie et en particulier dans la recherche et la prospection et dans l'exploitation des ressources naturelles. Le développement des industries lourdes et légères est étroitement lié à la production et à la qualité des produits fini.

Chapitre II

*la présentation de la méthode
de calcination*

II.1. Introduction.

La calcination est pratiquée dans le but de dissocier par voie thermique les carbonates de l'exogangue et de l'endogangue du minerai dans un intervalle de température compris généralement entre 700 °C et 900 °C. Pour réduire les proportions de CaO et MgO par rapport au P₂O₅, on procède à une opération d'hydratation de ces oxydes pour pouvoir ensuite les éliminer [14,15].

II.2. La chimie des phosphates durant la calcination.

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

Connaissance plus complète des propriétés des minéraux ; meilleure compréhension des phénomènes et mécanismes mis en jeu pendant la calcination. Les aspects de ces réactions ont fait l'objet de nombreuses études aussi bien théoriquement qu'expérimentalement [16].

II.2.1. Historique et définition.

Au début du XVIII^e siècle, le chimiste allemand Georg Ernst Stahl attribuait cette perte au feu à un fluide qui sortait du corps lors de la combustion, le phlogistique. Cette théorie ne permettait pas d'interpréter une perte au feu négatif, et a été balayée par la découverte de l'oxygène par Lavoisier.

Selon la définition courante, la calcination est définie comme le processus de conversion d'un minerai en oxyde en le chauffant fortement. Le minerai est chauffé en dessous de son point de fusion soit en absence d'air, soit en quantité limitée. Cette méthode est couramment utilisée pour convertir les carbonates et hydroxydes en leurs oxydes respectifs. Pendant la calcination, l'humidité et les impuretés volatiles sont également éliminées.

La calcination peut également être décrite comme un processus thermique utilisé pour convertir les minerais et autres matériaux solides en provoquant une décomposition thermique. Dans la calcination, la réaction se produit la plupart du temps à ou au-dessus de la température de décomposition thermique. [27]

La calcination est dérivée d'un mot latin « **calcinare** » qui se traduit par « brûler la chaux ». Ainsi, la calcination est principalement utilisée dans la décomposition du calcaire (carbonate de calcium) en chaux (oxyde de calcium) et en dioxyde de carbone. Pendant ce

temps, les produits dérivés de la calcination sont connus sous le nom de calcine, et ce indépendamment des composés réels subissant un traitement thermique. [18].

II.2.2. Nouvelle approche de la technologie de traitement et de calcination.

L'approche conventionnelle du processus de calcination des minéraux repose sur l'utilisation de calcinateur à cuisson directe ou indirecte consommant de grandes quantités de combustibles fossiles pour atteindre les températures de réaction souhaitées. Dans le même temps, les progrès de la transition énergétique, l'augmentation du coût des émissions de carbone et la disponibilité croissante de l'électricité renouvelable placent les processus à base de combustibles sous examen attentif et changent l'approche du traitement thermique industriel dans le monde entier. En réponse à la demande croissante de technologies de calcination industrielle capables de fournir de la chaleur à haute température uniquement à partir de sources renouvelables, nous proposons un convoyeur à vis chauffé électriquement Spirajoule, qui représente une nouvelle approche des technologies de traitement des minéraux.

II.3. Traitement thermique contrôlé de matériaux inorganiques.

La calcination est un procédé de traitement thermique le plus couramment appliqué aux produits inorganiques. Dans son acception la plus conventionnelle, le terme « calcination » est largement utilisé dans la terminologie du traitement thermique industriel pour décrire les processus de combustion de la chaux ou de conversion des minerais de fer en oxydes.

Dans les technologies modernes, la définition a été élargie et la calcination est souvent utilisée pour décrire une variété de processus de décomposition par chauffage dans des atmosphères contrôlées : à la fois oxydantes et inertes, effectuées pour atteindre un certain degré de transformation du matériau, sans qu'il atteigne sa fusion ou point de fusion.

Aujourd'hui, les exemples les plus courants de processus de calcination commerciaux utilisant des températures élevées comprennent les opérations de conversion de la craie ou du calcaire en chaux, la déshydratation des minéraux, l'activation du carbone, la régénération du catalyseur, l'élimination du dioxyde de carbone, ainsi que le traitement éliminant les composés indésirables comme les substances volatiles ou organiques. [27]

II.4. Nouvelle approche de la technologie de traitement et de calcination.

L'approche conventionnelle du processus de calcination des minéraux repose sur l'utilisation de calcinateurs à cuisson directe ou indirecte consommant de grandes quantités de

combustibles fossiles pour atteindre les températures de réaction souhaitées. Dans le même temps, les progrès de la transition énergétique, l'augmentation du coût des émissions de carbone et la disponibilité croissante de l'électricité renouvelable placent les processus à base de combustibles sous examen attentif et changent l'approche du traitement thermique industriel dans le monde entier. En réponse à la demande croissante de technologies de calcination industrielle capables de fournir de la chaleur à haute température uniquement à partir de sources renouvelables, nous proposons un convoyeur à vis chauffé électriquement Spirajoule, qui représente une nouvelle approche des technologies de traitement des minéraux.



Fig. II. 1,Equipements Spirajoule [27]

La technologie de traitement thermique dite Spirajoule de la société ETIA. La technologie Spirajoule est un procédé de traitement thermique. Il est constitué d'une vis de convoyage sans âme chauffée par un courant électrique basse tension transmettant au produit la chaleur générée par effet Joule. [27]

II.4.1. Sans combustibles fossiles. Propulsé par l'électricité.

Le procédé ne chauffe les matériaux que par l'électricité, ce qui le rend exempt de difficultés liées à la combustion de combustibles fossiles conventionnels et à la production de gaz d'échappement. Le système est adapté pour être alimenté exclusivement à partir de sources propres et sans carbone si nécessaire. [18].

II.5. Propriétés de la Calcination.

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

- Pour chasser l'eau présente, comme l'humidité absorbée, comme l'eau de cristallisation
- Pour chasser le dioxyde de carbone, ou d'autres constituants volatils.
- Pour oxyder une partie ou la totalité de la substance

On site deux catégories de four :

✚ Four a moufle.

✚ Four réverbère. [27]

II.5.1. Les fours à moufle.

Sont construits de telle sorte que ni le fuel ni les gaz de combustion n'entrent en contact direct avec la matière à calciner.

(A) : Un autoclave.

La brique ou de l'argile réfractaire ;

(G) : Place sur l'argile du foyer.

Les conduits de fumée (F.F) sont construits autour de la cornue, et ces gaz chauds de l'incendie vont passer sur leur cheminée.

Un air froid est soufflé en continu entre les 2 parois afin d'éviter tout problème de surchauffe après l'arrêt de l'appareil pour permettre un refroidissement rapide, cela prolonge la longévité de l'ensemble des composants. [26]

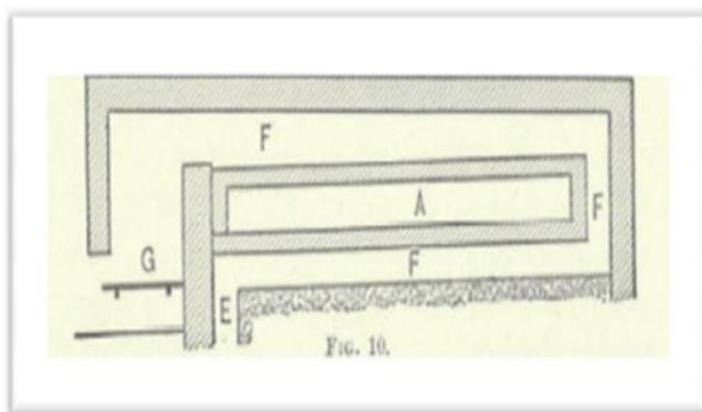


Fig. II. 2, Four à moufle [26]

II.5.2. Les fours à réverbère ;

Sont construits dans de nombreuses formes, mais dans tous les cas les flammes et les gaz chauds de l'incendie sont en contact direct avec la matière à calciner, mais le combustible est séparé de lui. La forme la plus simple et la plus commune est représentée sur la figure II.2.

- ✚ Le feu brûle sur la grille au (G).
- ✚ Les flammes, en passant sur le pont de (E), sont déviés vers le bas quartier par le toit.
- ✚ Vont passer directement au-dessus de la surface de la charge dans le lit du four (B).
- ✚ S'échapper par la gorge (F) dans la cheminée ;
- ✚ La charge est étalée en une fine couche sur le lit (B) ;
- ✚ Peut-être soit oxydée ou réduite selon la méthode de cuisson ;
- ✚ Le four rotatif est une modification très importante du four à réverbère. [26]

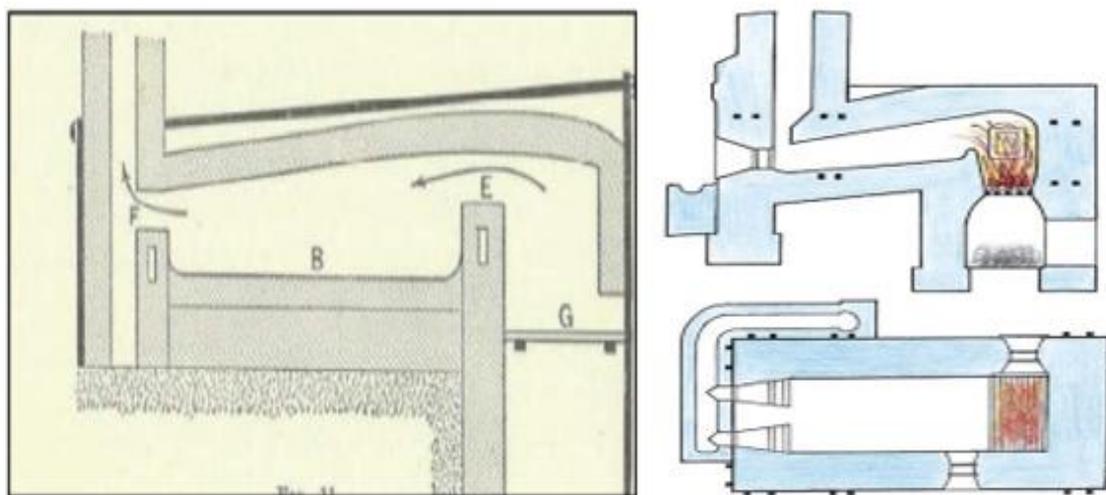


Fig. II. 3,Four réverbère. [25]

II.6. Critères de qualité des concentrés phosphatés.

II.6.1. Traitement par voie thermique.

La fabrication par voie thermique du phosphate noire montre que les minerais qui conviennent mieux sont ceux à gangue siliceuse et contenant éventuellement de la matière organique. La présence de la matière organique, représentée par le carbone organique, diminue la quantité du coke utilisée dans ce procédé ; ce qui présente un gain économique pour la voie thermique. L'aluminium et le magnésium ne sont pas gênants pour la pureté du produit obtenu puisqu'ils passent dans le laitier. Cependant, une teneur élevée en oxydes de fer donne d'avantage de Ferro phosphore (FeP).

II.7. Comportement des polluants durant la calcination.

Les contaminants les plus fréquemment cités sont les métaux lourds (cadmium, plomb, arsenic, cuivre, zinc), les carbonates et la matière organique. Le problème de la contamination des matériaux extraits a conduit, très tôt, les pays industrialisés à mettre au point des procédures et développer des méthodes d'évaluation pour, la prise des décisions de gestion [19].

II.7.1. Répartition des métaux lourds.

En général, la répartition des métaux lourds dans le phosphate calciné et dans les gaz volatils dépendent de leurs tentions de vapeur, Toutefois, pendant la calcination, la majorité des métaux se concentrent beaucoup plus dans le solide que dans les gaz. La vaporisation reste très faible en dessous de 700°C et même au- de là, qu'elle soit significative, due à leur très faible concentration dans les gaz.

II.7.2. Emission des polluants.

La calcination des phosphates entraîne, en général, l'émission des polluants organiques. La concentration et l'ampleur de celle-ci dépendent de la quantité initiale, du comportement et de l'origine de ces polluants dans le milieu. Les composés les plus fréquents rencontrés sont le protoxyde d'azote N₂O, le CO, le CO₂, et le fluor [19].

II.7.3. Les émissions des polluants pendant le traitement thermique.

Dans la plupart des cas, les traitements thermiques des sédiments entraînent une émission de polluants organiques et des métaux lourds. La concentration et l'ampleur de l'émission dépendront de la quantité initiale et de l'origine de ces polluants dans le sédiment. Les composés les plus fréquents dans les émissions sont les HCl, les SO_x, les NO_x, les dioxines et furannes. [27]

♣ Le HCl provient, d'une part, de la combustion du chlore organique, des résidus de PVC ou d'autres matières plastiques non dégradées, et d'autre part du chlore minérale (Na Cl, KCl, végétaux, bois, ...) présent dans le sédiment.

♣ Le SO_x, regroupe le SO₂ et le SO₃, qui proviennent essentiellement de l'industrie, comme les déchets de production d'acide sulfurique, des batteries, de poudre à canon, des allumettes, etc. Il provient aussi des eaux de ruissellement contaminées par les engrais, [27]

♣ Les NOX se forment principalement au cours du processus de combustion par oxydation de l'azote de l'air et de l'azote présent dans les sédiments. Cette famille comprend le NO, le NO₂ et le protoxyde d'azote N₂O.

♣ Les dioxines et furannes regroupent les PolyChloro-DibenzoDioxines (PCDD) et les PolyChloro-DibenzoFuranes (PCDF), deux familles regroupant 210 congénères faisant l'objet d'une attention particulière en raison de la grande toxicité de 17 d'entre eux. Ces composés se forment, après la combustion, à des températures de l'ordre de 250°C à 400°C, par combinaison à partir des imbrûlés. Ils se décomposent rapidement (1s) à des températures proches de 700°C.

♣ Contrairement à la partie organique, les métaux lourds contenus dans les sédiments ne sont pas détruits au cours du traitement thermique. Une partie reste dans le résidu solide et les plus volatils se vaporisent en fonction de leur propriété et de leur spéciation [27,20].

II.8. Utilisation de la calcination.

Pour l'enrichissement des minerais carbonatés ainsi que l'élimination de la matière organique présente dans les phosphates. Elle consiste à chauffer le minerai à des hautes températures allant de 700 à 1000°C dans le but de décomposer les carbonates présents dans la calcite CaCO₃ et dans la dolomite Ca Mg (CO₃)₂ en oxydes Ca O et MgO [8]. Il est le seul procédé qui permet d'éliminer les impuretés contenues à l'intérieur des éléments phosphatés. L'élimination des divers composés cités précédemment [21,23].

Cette opération complexe et énergivore est utilisée dans quelques installations comme celle de Djebel Onk en Algérie [22].

La calcination est précédée par un traitement qui consiste à éliminer les argiles, les silicates et la silice exogène ainsi qu'une certaine teneur en carbonate afin d'éviter l'association de la silice avec la chaux qui forme un clinker insoluble difficile à éliminer. En outre, un lavage suit la calcination dans le but d'éliminer les oxydes alcalinoterreux.

♣ Attrition.

♣ Broyage.

♣ Déschlammage [20].

II.9. Conclusion

La calcination est un traitement thermique effectué pour la transformation du calcaire en chaux sous l'effet de la chaleur (frittage). Elle permet la désulfuration des différents sulfures présents dans le minerai, la transformation des carbonates, la déshydratation des silicates hydratés et une destruction totale de la matière organique, qui en présence d'oxygène, conduit à sa volatilisation sous forme de dioxyde de carbone.

*Chapitre III : Etude De Cas
Sur La Calcination De
Phosphate Noire Débourbé*

III.1. Introduction.

La calcination est pratiquée dans le but de dissocier par voie thermique les carbonates de l'exogangue et de l'endogangue du minerai dans un intervalle de température compris généralement entre 700 °C et 1000 °C. Pour réduire les proportions de CaO et MgO par rapport au P₂O₅, on procède à une opération d'hydratation de ces oxydes pour pouvoir ensuite les éliminer [1,2].

III.2. Composition chimique et minéralogique des phosphates de Djbel Onk

Les minerais de phosphates sont divisés en trois groupes selon leurs teneurs en P₂O₅ :

- ♣ Minerais de faible teneur en P₂O₅ (12-16%).
- ♣ Minerais de teneur moyenne en P₂O₅ (17-25%).
- ♣ Minerais de haute teneur en P₂O₅ (26-35%) [15].

III.3. Perte au feu.

Si de telles réactions prennent place, on peut avoir : Une perte de masse du fait du départ des espèces volatiles : c'est la perte au feu. Un gain de masse dû à l'incorporation d'atomes d'oxygène (oxydation), on parle alors de « perte au feu négative » ou quelquefois de « gain au feu » (gain on ignition, GOI). La perte au feu est par conséquent simplement la différence de masse :

$$\text{Perte au feu} = (\text{masse avant calcination}) - (\text{masse après calcination}). [27]$$

On l'exprime quelquefois en pourcentage :

$$\text{Perte au feu (\%)} = 100 \times [(\text{masse avant calcination}) - (\text{masse après calcination})] / (\text{masse avant calcination}). [27]$$

La perte au feu ou LOI (loss on ignition en anglais) est la perte de masse qui résulte de l'échauffement d'un matériau. Cette perte au feu se constate quand l'élaboration d'objets manufacturés nécessite une forte chaleur, par exemple en métallurgie. De ce fait, le produit final n'a plus la même composition chimique que le produit d'origine puisque de la matière est partie (ce qui explique la variation de masse) [17].

III.4. Chaîne de traitement par voie humide.

La présence de certaines impuretés dans les minerais de phosphates est à l'origine de plusieurs problèmes rencontrés pendant les différentes étapes de traitement des minerais. Par conséquent, ces impuretés doivent être minimisées à des taux appropriés pour le traitement. Les principales impuretés que l'on rencontre lors de la fabrication de l'acide phosphorique sont les suivants [13] :

La présence de la matière organique dans les minerais de Phosphate exige habituellement un ajout supplémentaire de l'acide sulfurique pendant la fabrication d'acide phosphorique. L'élimination de la matière organique est importante parce qu'elle constitue un élément gênant qui réduit les sulfates en sulfures [14].

III.4.1. Secteur de préparation mécanique [24]

Ce secteur consiste trois opérations essentielles, dans le but est de libérer la substance utile de la gangue et de réduire les dimensions des blocs de $D_{\max}=1200$ mm jusqu'à 20 mm. Ces opérations sont respectivement comme suivantes :

III.4.1.1 Concassage

Cette opération a pour but la réduction des blocs (1200 mm) à une granulométrie inférieure à 200 mm. Elle se fait au moyen d'un concasseur à cône giratoire « BABITLESS » et un concasseur à percussion « HAZEMAG ».

III.4.1.2. Broyage

Cette opération consiste à réduire les dimensions du produit concassé jusqu'à une dimension de 20 mm. Elle effectue avec trois broyeurs articulés en parallèle, avec une capacité de production de 300 t/h chacun

III.4.1.3. Criblage

Cette dernière opération de la préparation mécanique consiste à éliminer le produit dont la dimension est supérieure à 15 mm au moyen de trois cribles vibrants à résonances « WEDAG » d'une capacité de 300 T/h/crible et deux cribles vibrants inclinés « HAZEMAG » d'une capacité de 600 T/ h/crible et une ouverture de 10 mm[25].

III.4.2. Débournage

Le débournage consiste à la mise en pulpe du produit criblé dans une proportion liquide/solide de 60 %, pour ensuite alimenter un stade de criblage en humide afin d'éliminer les matières siliceuses et argileuses supérieures à 1mm, au moyen d'une (1) grille courbes et une (01) grille courbe de contrôle commune pour les trois lignes qui permet de récupérer les grains inférieurs à 1 mm cimentés aux refus.

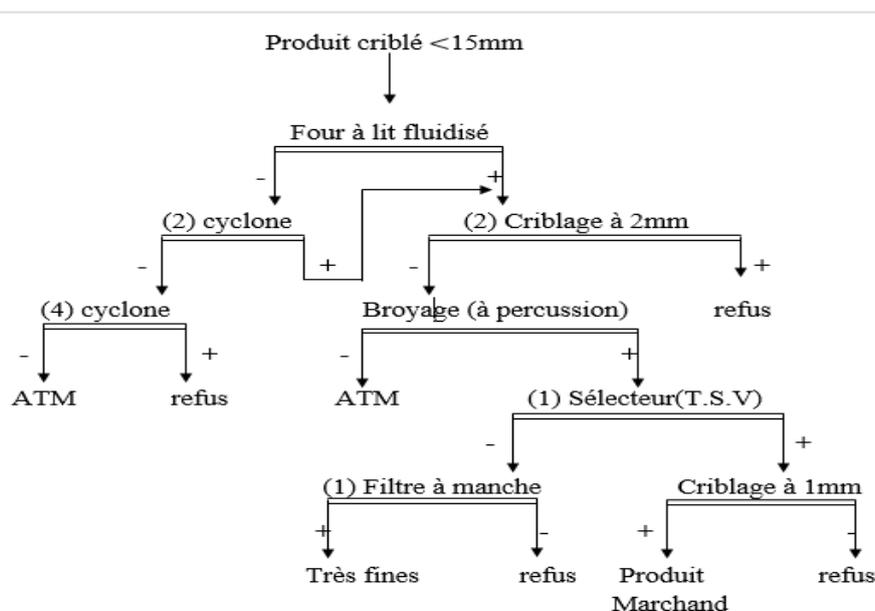


Fig. III. 1, Schéma technologique de l'atelier dépoussiérage (+0.01-0.1) mm (66/68) % TPL [18]

Enfin, le refus de cette grille de contrôle sera acheminé vers une trémie de déchargement pour ensuite les transportés à des terrils à l'intérieur des fosses créés par l'exploitation. (Schlammes) passe vers l'épaississeur, ce dernier a pour but la régénération d'eau industrielle, Tandis que le passant alimente une batterie d'hydrocyclones dont le but est d'éliminer les fines particules inférieures à 80 μ m, en surverses (appelé coupure basse), cette eau boueuse qui sera injecté dans le circuit de mise en pulpe. [25].

III.4.3. Séchage

Le produit débourné étant un produit semi fini humide et qui nécessite une déshydratation jusqu'à l'obtention d'un produit marchand d'une humidité de 1%. Le séchage se fait au moyen deux méthodes à savoir :

- Séchage par four de vertical
- Séchage par four horizontal

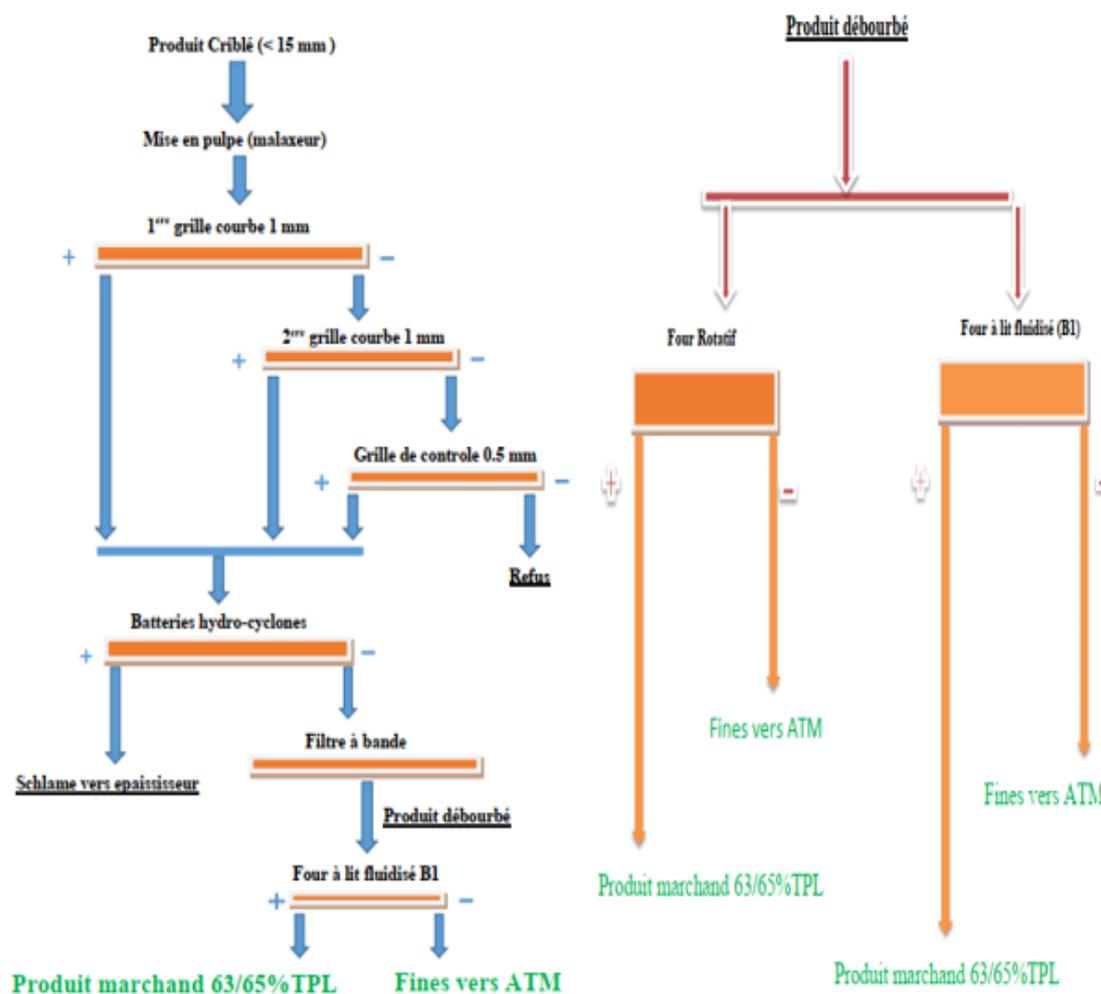


Fig. III. 2, Schéma technologique du débouillage et l'atelier séchage. [18]

- ✚ Séchage par four vertical : On a modifié le processus de calcination en four de séchage vertical avec un débit horaire de 70 T/h/ligne (compartiment de préchauffage) et une température atteignant les 100°C.
- ✚ Séchage par four horizontal : Cet atelier comporte deux fours horizontaux rotatifs de température ajustée est à $105 \pm 5^\circ\text{C}$. Dans ces fours le produit subisse une évaporation de l'eau imbibée dans le produit.
- ✚ Séchage par four de calcination : Le produit débouillé étant un produit semi fini, préalablement destiné à un traitement pyrotechnique par calcination a des températures allant de 700° jusqu'à 900° C pour fabriquer une gamme de qualités allant de 69 à 75 % TPL, ces qualités ne sont plus fabriquées actuellement[24]

III.5. Partie expérimentale

III.5.1. L'expérience de calcination de phosphate noir débourné au niveau de laboratoire de l'usine de mine Djebel Onk

L'objectif de l'échantillonnage est de prélever une partie représentative d'un ensemble ou d'un lot de minerai (le phosphate noir débourné) sortie voie humide pour déterminer avec la plus grande précision possible la teneur moyenne en divers éléments de cet ensemble.

III.5. 1.1. Préparation des échantillons pour les analyses

- Le prélèvement de l'échantillon est l'application de la méthode du quartage. La quantité de l'échantillon prélevée est de 10 Kg.
- L'échantillon prélevés est acheminé au labo de préparation des échantillons, divisé (dans deux rifles) jusqu' à l'obtention de 1.5 à 2 Kg, pour l'analyse chimiques ainsi que pour la réserve. [22].

III.5. 1.2. Méthode d'échantillonnage

- ✚ **Le quartage** : L'échantillon est divisé en quatre parties égales dont on ne retient que la moitié en réunissant deux quarts opposée. Cette sélection est homogénéisée et un nouveau quartage est effectué, l'opération pouvant se répéter trois ou quatre fois.



Fig. III. 3,Opération De quartage (Le phosphate noire débourné) Sortie voie humide

✚ Processus de pesée et mesure l'humidité



Fig. III. 4, mesure du l'humidité

III.5.2. L'opération de calcination

Après l'opération de peser, Nous avons extrait 24 échantillons pesant chacune 10g, divisées en 6 températures de **400 C° à 900 C°** pour la préparation de la calcination .et chaque degré est divisé en 4 durées différentes : **5min ,10min,15min ,20min**

Le processus commence par l'introduire de 4 échantillons de phosphate dans le four, tel que chaque échantillon pèse 10g à **400C°**, après à l'aide d'une minuterie, nous mettons un échantillon a l'air pendant **5 minutes**, et donc on fait la même chose pour le reste des températures jusqu'à **900C°** pour obtenir des échantillons comme suit :



Fig. III. 5,représente 4 échantillons calciné à 900C° dans diverses durées de 5 à 20 minute



Fig. III. 6, Four à moufle au niveau de laboratoire de Djebel Onk

Le minerai est chauffé jusqu'à dessous de son point de fusion soit en absence d'air, soit en quantité limitée. Cette méthode est couramment utilisée pour convertir les carbonates et hydroxydes en leurs oxydes respectifs

Après le refroidissement des échantillons, nous les pesons et calculons le pourcentage de perte de matière organique due à la chaleur. Prise en compte de l'introduit du pourcentage d'humidité dans l'équation de per à feu avec la relation suivante :

$$\frac{(\text{Le poids avant la calcination} - \text{le poids après la calcination}) \times 100}{(\text{masse avant calcination})} = \% \text{ de l'humidité}$$

Nous effectuons également **les analyses chimiques** nécessaires des éléments majeurs de divers échantillons et notons le comportement des teneurs en fonction de temps et de température.

III.6. Analyse physico-chimique.

Le but de l'analyse physico-chimique est de déterminer la composition chimique des divers éléments ou combinaisons qui entrent dans la composition du corps à étudier.

III.6.1. Dosage du P_2O_5 par la méthode spectrophotométrie automatique (Auto analyseur)

Le système Technico Auto analyseur est le dernier né d'une gamme complète d'instruments pour l'analyse chimique automatique en phase liquide. L'Auto analyseur met en œuvre les techniques les plus évoluées de la mécanique de fluide pour réaliser la mesure rapide et fiable des paramètres industriels les plus critiques [24].

III.6. 2. Dosage du Magnésium MgO par absorption atomique (*Spectrométrie d'absorption atomique*)

Principe

Détermination de la teneur en magnésium dans une solution d'essai par spectrométrie d'adsorption atomique en présence de l'oxyde de lanthane ou chlorure de lanthane. Les photons absorbés étant caractéristiques des éléments absorbants, et leur quantité étant proportionnelle au nombre d'atomes d'élément absorbant, l'absorption permet de mesurer les concentrations des éléments que l'on a décidé de doser. [24].

III.6. 3. Dosage de l'anhydride carbonique (Par Calcimètre de BERNARD)

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

Principe

Attaque du phosphate par l'acide chlorhydrique, en récipient fermé, mesure du volume gazeux dégagé. [24].

La valeur du minerai s'exprime par sa teneur en tricalcique de phosphate (% TPL) ou en P_2O_5 Tel que : $TPL = \% P_2O_5 * 2,185$.

III.7. Calcule et résultats

III.7.1. La perte au feu au degré 400 C°

$$13.75 - 11.33 = 2.42 \%$$

$$14.72 - 11.33 = 3.39 \%$$

$$15.06 - 11.33 = 3.73 \%$$

$$24.1 - 11.33 = 4.61 \%$$

TAB. III. 1, les résultats de la perte au feu au degré 400 C°

La température	La durée En minute	% Pert au feu PAF	% CO2	TPL MgO	TPL P2O5
400 C°	5 min	2.42 %	7.12	1.17	67.49
	10 min	3.39 %	7.12	1.27	67.73
	15 min	3.73 %	7.04	1.27	67.93
	20 min	4.61 %	6.96	1.14	68.23

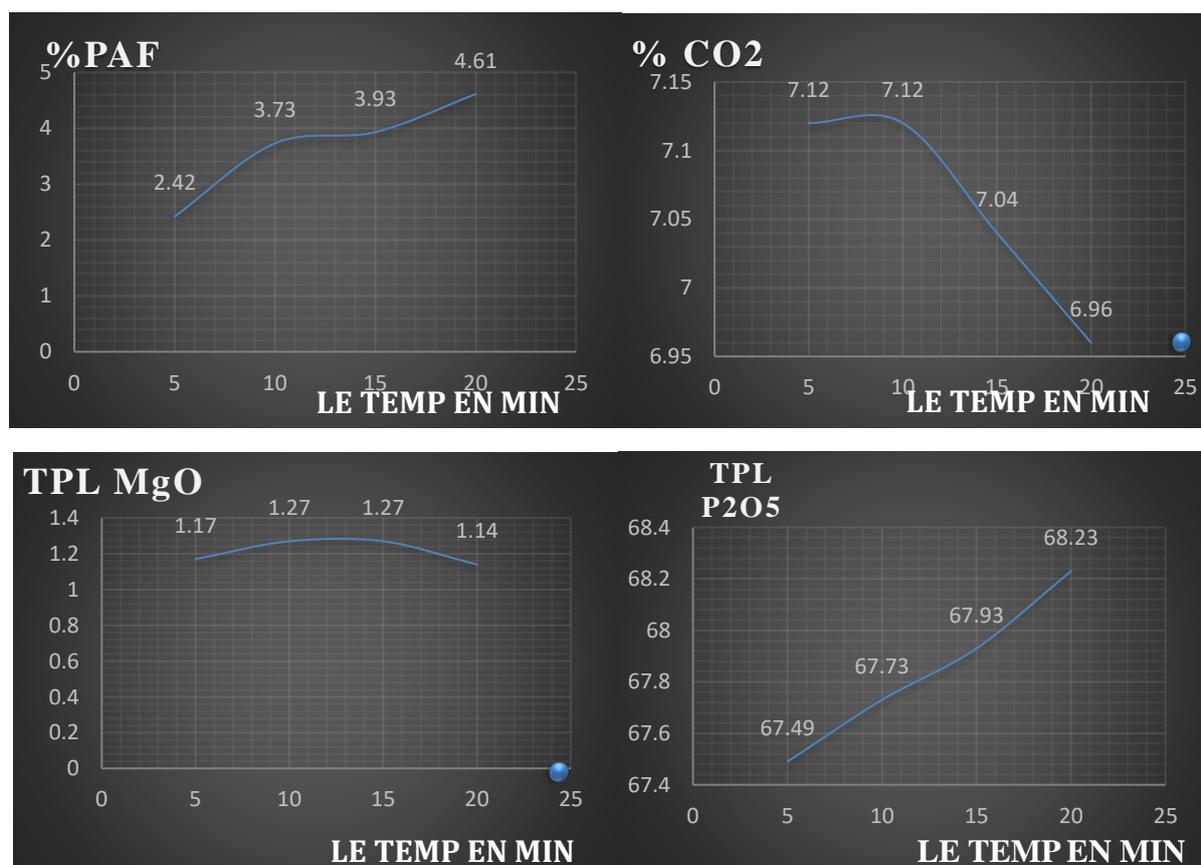


Fig. III. 7, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination a degré 400 C°

III.7.2. La perte au feu au degré 500 C

$$14.53 - 11.33 = 3.2 \%$$

$$15.02 - 11.33 = 3.69 \%$$

$$15.51 - 11.33 = 4.18 \%$$

$$15.93 - 11.33 = 4.6 \%$$

TAB. III. 2, les résultats de la perte au feu au degré 500 C°

La température	La durée En minute	% Pert au feu PAF	% CO2	TPL MgO	TPL P2O5
500 C°	5 min	3.2 %	6.96	1.26	68.23
	10 min	4.18 %	6.96	1.24	69.04
	15 min	3.39 %	6.88	1.19	69.17
	20 min	4.6 %	6.88	1.26	69.28

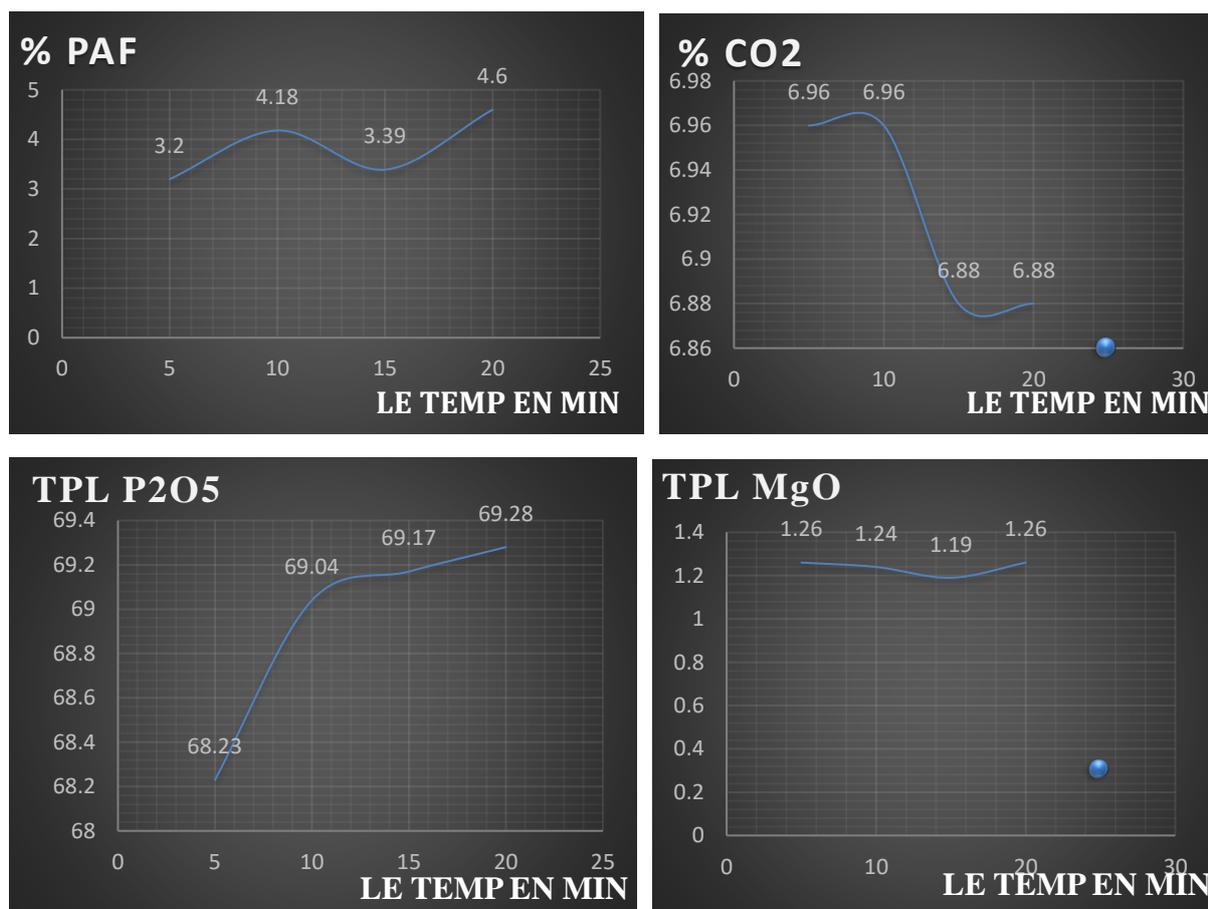


Fig. III. 8, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination à degré 500 C°

III.7.3. La perte au feu au degré 600 C°

$15.97 - 11.33 = 4.64 \%$

$16.71 - 11.33 = 5.38 \%$

$16.87 - 11.33 = 5.54 \%$

$17.16 - 11.33 = 5.83 \%$

TAB. III. 3, les résultats de la perte au feu au degré 600 C°

La température	La durée En minute	% Pert au feu PAF	% CO2	TPL MgO	TPL P2O5
600 C°	5 min	4.64 %	6.88	1.29	68.78
	10 min	5.38 %	6.88	1.27	68.84
	15 min	5.54 %	6.8	1.37	69.24
	20 min	5.83 %	6.8	1.26	69.43

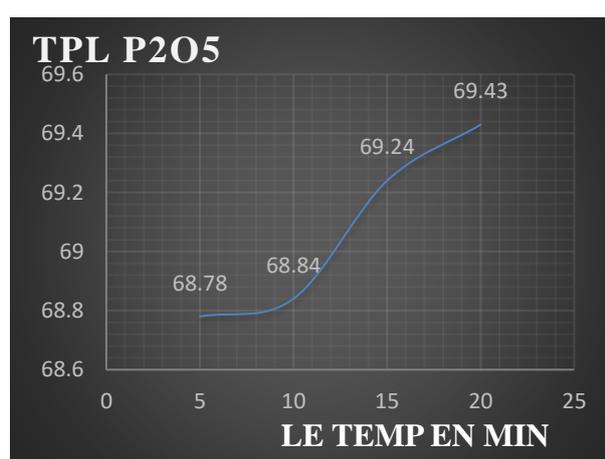
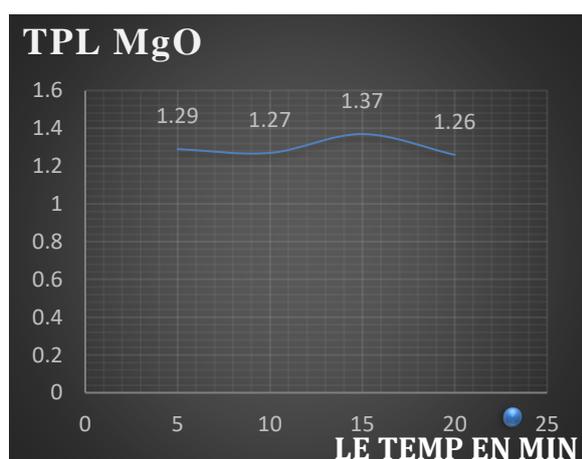
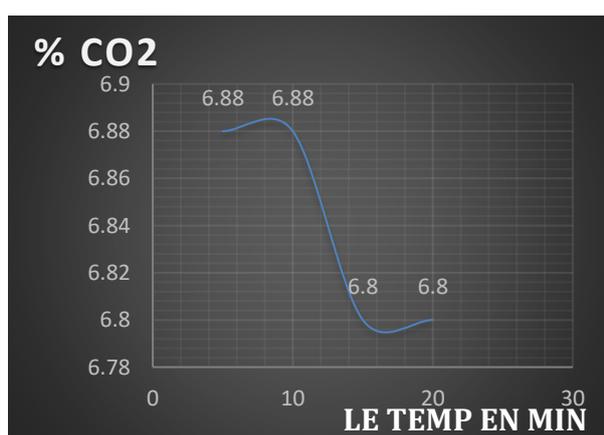
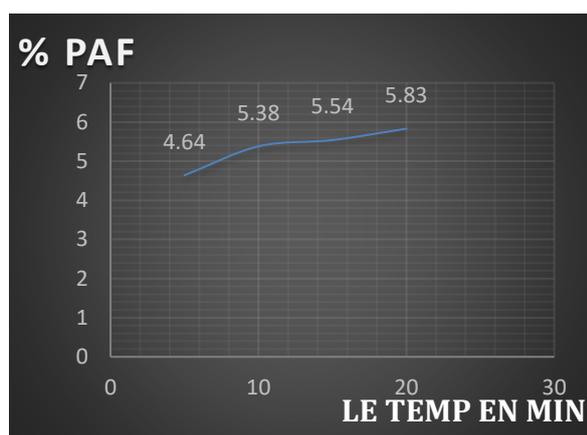


Fig. III. 9, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeurs après calcination à degré 600 C°

III.7.4. La perte au feu au degré 700 C°

$$17.8 - 11.33 = 6.47 \%$$

$$18.27 - 11.33 = 6.97 \%$$

$$19.4 - 11.33 = 8.07 \%$$

$$21.75 - 11.33 = 10.42 \%$$

TAB. III. 4, les résultats de la perte au feu au degré 700 C°

La température	La durée En minute	% Pert au feu PAF	% CO2	TPL MgO	TPL P2O5
700 C°	5 min	6.47 %	6.23	1.21	68.47
	10 min	6.97 %	5.81	1.12	68.91
	15 min	8.07 %	5.48	1.24	69.15
	20 min	10.42 %	5.40	1.60	69.72

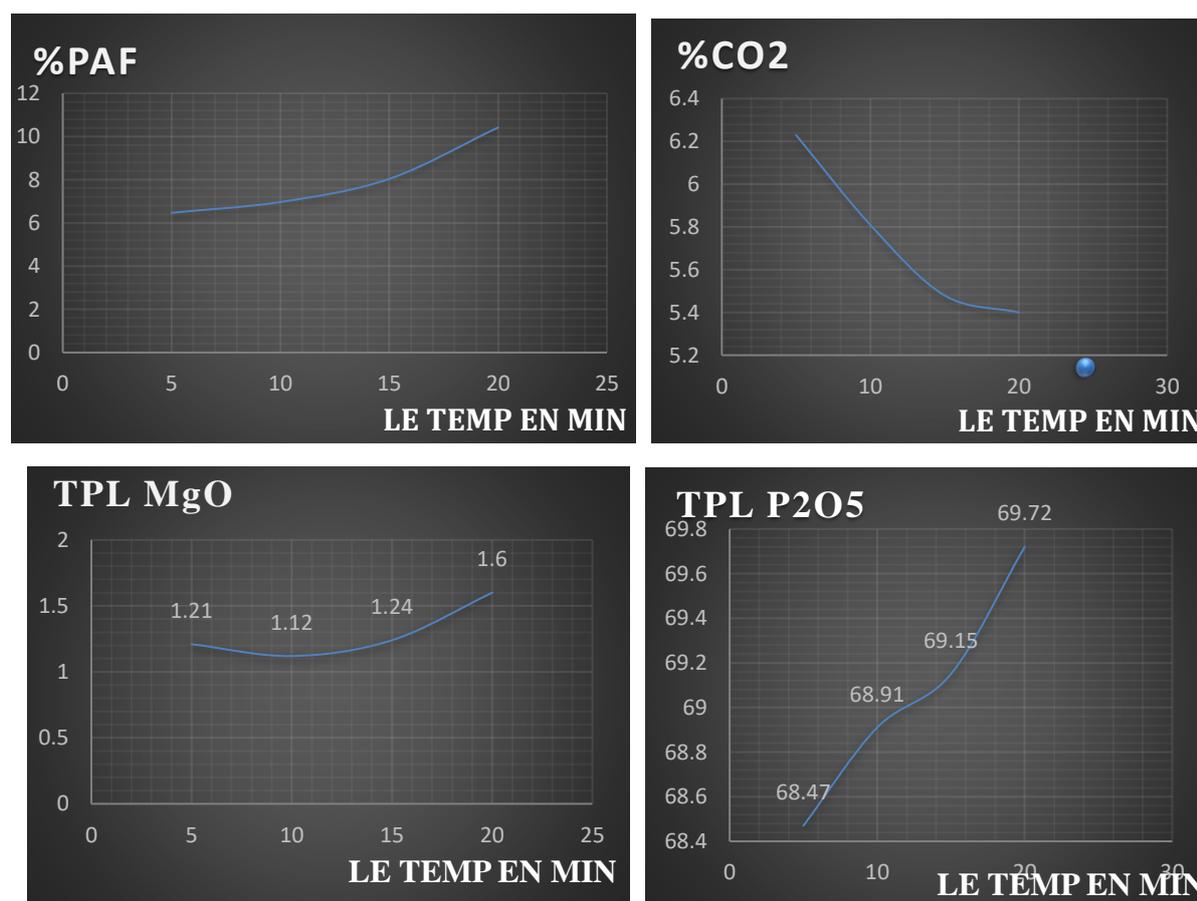


Fig. III. 10, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination a degré 700 C°

III.7.5. La perte au feu au degré 800 C°

$$21.37 - 11.33 = 10.04 \%$$

$$22.47 - 11.33 = 11.41 \%$$

$$25.17 - 11.33 = 13.84 \%$$

$$25.26 - 11.33 = 13.93 \%$$

TAB. III. 5, les résultats de la perte au feu au degré 800 C°

La température	La durée En minute	% Pert au feu PAF	% CO2	TPL MgO	TPL P2O5
800 C°	5 min	10.04 %	3.77	1.27	70.07
	10 min	11.41 %	3.03	1.24	71.34
	15 min	13.84 %	2.7	1.26	71.36
	20 min	13.93 %	2.37	1.29	70.94

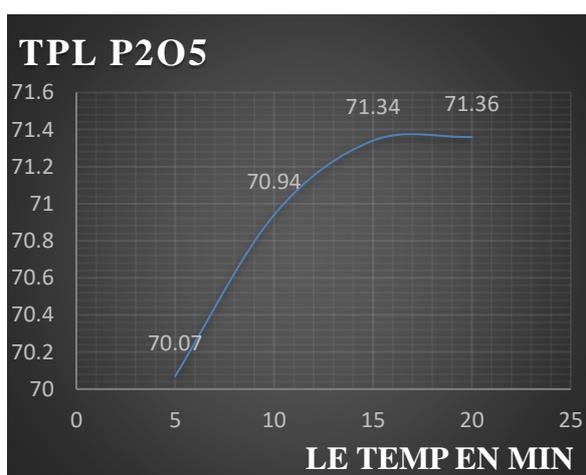
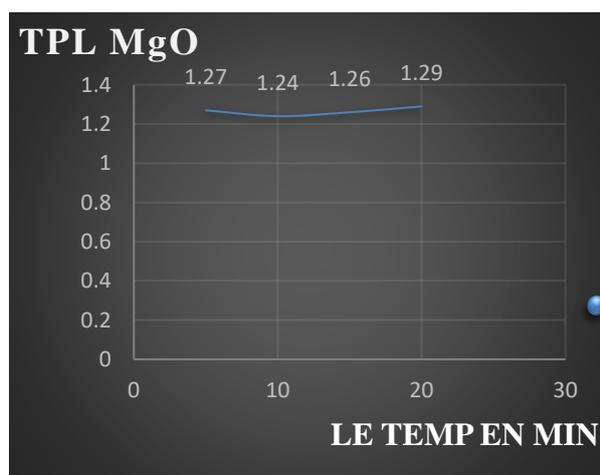
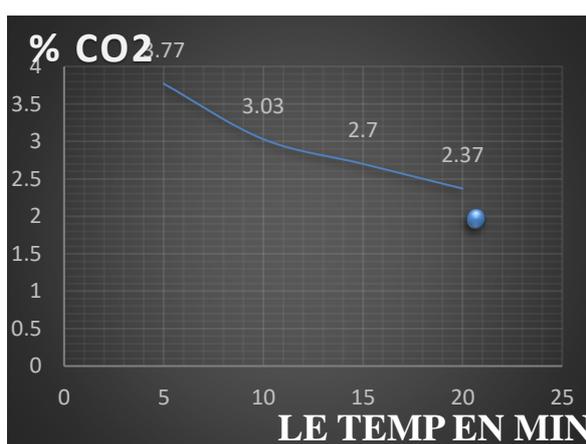
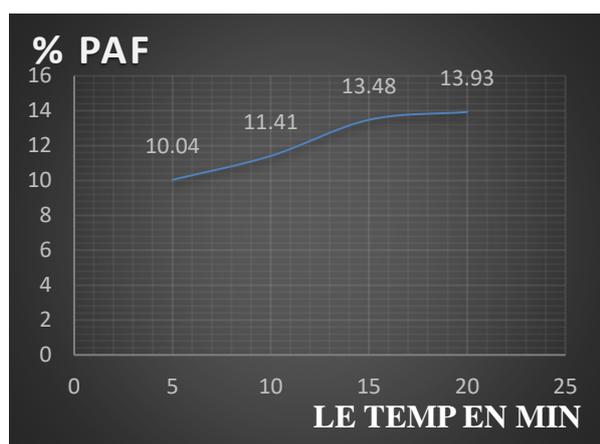


Fig. III. 11, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination à degré 800 C°

III.7.6. La perte au feu au degré 900 C°

26.12 – 11.33 = 14.79 %

27.09 – 11.33 = 15.76 %

30.46 – 11.33 = 19.13 %

31.19 – 11.33 = 19.86 %

TAB. III. 6, les résultats de la perte au feu au degré 900 C°

La température	La durée En minute	% Pert au feu PAF	% CO2	TPL MgO	TPL P2O5
900 C°	5 min	14.79 %	2.29	1.24	71.36
	10 min	15.76 %	1.8	1.29	71.36
	15 min	19.13 %	1.55	1.29	71.51
	20 min	19.13 %	1.47	1.3	71.86

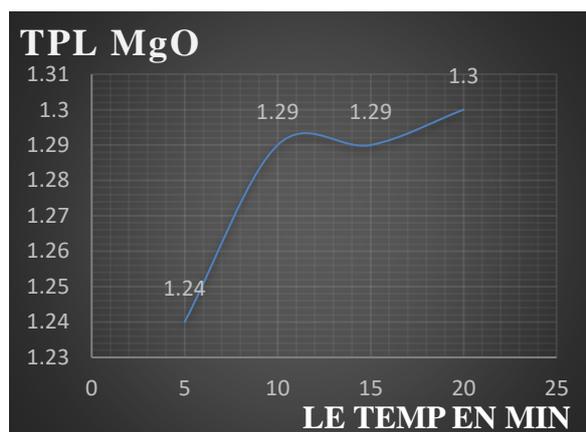
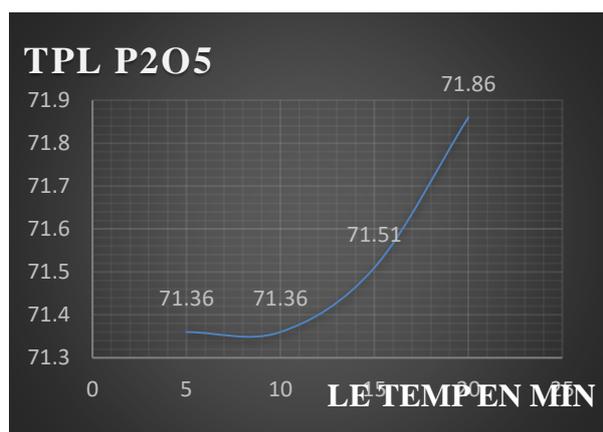
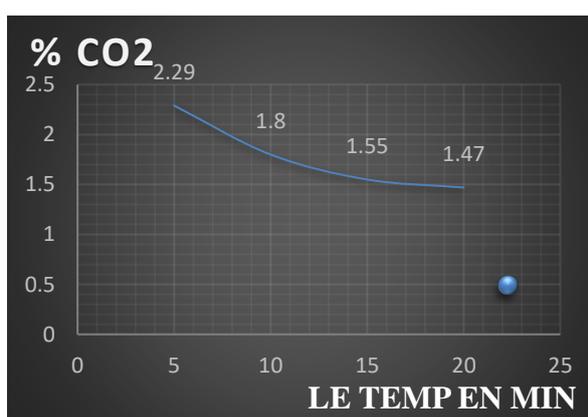
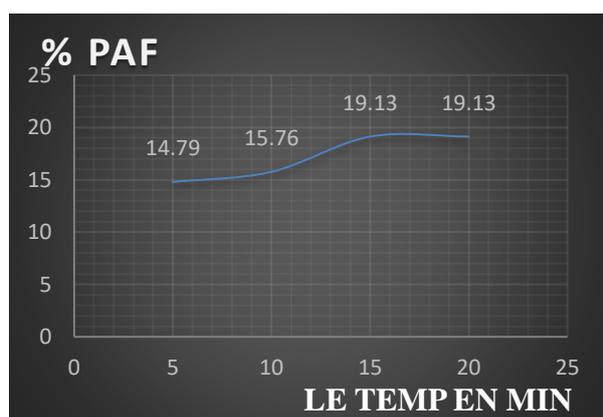


Fig. III. 12, Les courbes de variation des teneurs des éléments majeures après calcination à degré 900 C°

III.8. Interprétation des résultats

- ♣ De 400 à 650°C : élimination de l'eau de surface.
- ♣ De 650 à 750°C : élimination des matières organiques et de l'eau de constitution.
- ♣ De 750 à 900 °C : décomposition des carbonates.
- ♣ Où nous notons à travers les graphiques que l'élément de magnésium MgO n'a presque pas été affecté par le traitement thermique, et presque le magnésium est resté en même teneur .

Cette opération complexe et énergivore est utilisée dans quelques installations comme celle de Djebel Onk en Algérie.

Conclusion

Dans cette étude, nous avons obtenu dans les conditions optimales de la calcination en temps et en température un produit répond bien aux profils marchands et aux exigences d'utilisation. les conditions de température d'environ de 900°C et un temps d'environ de 20 minutes avec la diminution de carbone organique à 79.35 % et une augmentation de TPL de 6.08 % en phosphate.

Conclusion générale

L'étude de l'effet de température sur les différents éléments majeurs (MgO, P₂O₅, CO₂) du minerai de phosphate de Djebel Onk, nécessite l'association de plusieurs techniques qui permettant, la décomposition des carbonates de la gangue ; (Calcination de différents tranches).

La calcination des phosphates joue un rôle important dans la qualité de l'acide phosphorique, les concentrés de phosphate utilisés après calcination sont riches en phosphore et présentent des teneurs faibles en carbonates éliminés dans l'opération de calcination, où la majeure partie de CO₂ est éliminée.

Il est important de noter que la présence de la matière organique et des carbonates et Les résultats obtenus dans cette étude montrent qu'il y'a des interactions entre les différents paramètres thermo-physico-chimiques. Le rôle joué par ces paramètres sur les mécanismes mis en jeu et sur l'obtention d'un produit de qualités meilleures est très important et suppose leur maîtrise.

L'usage de techniques de caractérisation et de suivi des technologies de concentration et d'enrichissement des minerais s'avèrent utiles. La maîtrise de ces techniques, peut contribuer à l'amélioration de la qualité des produits finaux et intermédiaires utilisés dans l'industrie minière. Également dans le domaine de recherche, on trouve une large application de ces techniques.

Référence :

- [1] **D. Merabet.** Traitement du minerai de phosphate de Djebel Onk (Tébessa) par flottation. Projet de recherche J0601/80/06, LTMGP Univ. A. Mira-Bejaia 2008.
- [2] **N. Bezzi et al.** Trace éléments of Kef Es Sennoun Natural Phosphate (Djebel Onk, Algeria) and how they affect the various Mineralurgic modes of treatment. *Procedia Engineering* 42 1915 – 1927 (2012).
- [3] (**G. S. Michal**, 2004).
- [4] **Al-Fariss T.F, Oz bel H. O. et El-Shall H. S** : On the phosphate rock beneficiation for the production of phosphoric acid in Saudi Arabia. *J. King Saud Univ.*, Vol. 4, Eng. Sci. (1), pp. 13-32. (1992).
- [5] **S. Dhaheur, F. Nairf**, Analyse et caractérisation des différentes phases de traitement de minerai de phosphate cas de Djebel Onk, Mémoire de master, université Larbi Tébessa faculté sciences et de la technologie département génie minier 2015.
- [6] **R. Kechiched**, « Typologie géochimique et géostatistique des minerais de Phosphates du gisement de Bled El Hadba – Djebel Onk (Algérie Orientale) ».
- [7] **O. Ouchiha, F. Oulebsir**, « Elimination du cuivre par adsorption sur le Phosphate naturel Algérien », mémoire de fin d'étude en Analyse en Chimie, sous la direction de [Z. Benkhodja], BEJAIA, Université Abderrahmane MIRA, 2012, p 103.
- [8] **Commission Européenne**, « Fabrication des céramiques », Document de référence sur les meilleures techniques disponibles, 2007, vol 0, p 207.
- [9] **M. Hamdadou**, « Caractérisation petro-minéralogique et séquentielle du gisement de phosphate de Djebel Onk (Algérie) », Thèse de Doct. Es Science., ENSG Nancy, (1996).
- [10] **FASSEKH Abed 'El Werth (2012)** : Analyse de plan du tir sur la granulométrie des roches abattues de Kef es Sennoun de Djebel Onk Ber Al Ater W. Tébessa. Mémoire Magister, group société des mines de phosphate SOMIPHOS spa complexe minier de Djebel Onk.

- [11] **KECHICHED RABAH** (2011) : Typologie géochimique et géostatistique du minéral de phosphate de gisement de bled EL Hadba-Dj-Onk (Algérie orientale). Mémoire magister, université d'Annaba.
- [12] **AZZOUZ RACHED Hamza** (2014) : La prédiction de la fragmentation des roches et correction des plans de tir, cas de la mine de Djebel Onk. Mémoire master, université Badji Mokhtar – Annaba
- [13] **A.K. Ozer, M.S. Gulaboglu, S. Bayrakceken and W. Weisweiler**, Changes in physical structure and chemical composition of phosphate rock during calcinations in fluidized and fixed beds. *Advanced Powder Technol.*, Vol. 17, No. 5, pp. 481–494 (2006).
- [14] **N. Malek**. Influence de la composition chimique et minéralogique du phosphate noir du gisement de Djebel Onk sur le procédé de traitement, Thèse Doctorat 2007 université A. Mira- Bejaïa.
- [15] **Fives-Cail (CEREP)**. APPLICATION de la calcination en suspension de traitement des minerais, Publication FCB, 20 décembre 1979.
- [16] **P. J. Lechler et M. O. Desilets**, « A review of the use of loss on ignition as a measurement of total volatiles in whole-rock analysis», *Chemical Geology*, vol. 63, 1987, p. 341-344.
- [17] **J. Fournier, C. Bonnot-Courtois**, Paris R., Voltaire O., Le Vot M. (2012) : Analyses granulométriques, principes et méthodes. CNRS, Dinard, 99 p.
- [18] **A. Saadoune** (2010) : Caractérisation et enrichissement du minéral phosphaté de Djebel Onk (W. TEBESSA), Mémoire Magister, École Nationale Polytechnique Département de Génie Minier.
- [19] **N. Bezzi**, Gestion de la qualité et valorisation des minerais de phosphate de bled el Hadba, djebel Onk – Tébessa. Thèse doctorat université Ferhat Abbas –Sétif, (2005).
- [20] **J. Dercourt**. Sédimentologie, stratigraphie, Paléogéographie. Science et la terre.
- [21] **F. Hernáinz, M. Calero and G. Blázquez**, Kinetic considerations in the flotation of phosphate ore, *Advanced Powder Technol.*, Vol. 16, No. 4, pp. 347–361 (2005).

[22] **M. Rentería-Villalobos, Ignacio Vioque, J. Mantero, Guillermo Manjóna.** Radiological, chemical and morphological characterizations of phosphate rock and phosphogypsum from phosphoric acid factories in SW Spain. *Journal of Hazardous Materials* (2010).

[23] **M. Dassamiour,** Eléments En Traces Et Valorisation Des Minerais De Phosphate Du Gisement De Kef Essennoun - Dj. Onk (Algérie Orientale). Thèse De Doctorat. Université Badji Mokhtar-Annaba, Pp. 143-144, (2012).

[24] **Somiphos :** La géologie de Djebel Onk. Document interne dans laboratoire

[25] **Le site officiel de société Somephos.**

[26] **D. Akila F. Zahia (2016)** L'influence de traitement thermique sur la granulométrie de minerai de phosphate beige de gisement, de Djebel Onk. Mémoire master, université Abderrahmane Mira - Bejaia

[27] **KOUTTI HAYAT 2020** ETUDE DE LA CALCINATION DU PHOSPHATE PAR SPECTROSCOPIEIR ET DIFFRACTION DES RAYONS X , Université Larbi Ben M'Hidi Oum El-Bouaghi