

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR ANNABA
BADJI MOKHTAR ANNABA UNIVERSITY



جامعة باجي مختار - عنابه -

Faculté des Sciences de la Terre

Département des Mines

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en Mines

Option : Valorisation et Gestion des Ressources Minérales

CARACTERISATION-ENRICHISSEMENT DES GRES PAUVRES D'EL-AOUANA : CAS DE L'USINE DE VERRE (AFRICAVER) / JIJEL

Par **BOUABDALLAH Soufiane**

Devant le Jury :

Président :	CHETTIBI Mohamed	Pr. Université Badji Mokhtar-Annaba
Rapporteur :	BOUNOUALA Mohamed	Pr. Université Badji Mokhtar-Annaba
Examineurs :	OULD HAMOU Malek	M.C.A. ENP EL- Harrach, Alger
	DERAMCHI Karima	M.C.A. ENP EL- Harrach, Alger
	IDRES Abdelaziz	M.C.A. Université Badji Mokhtar-Annaba
Membre Invité :	BABOU ABDELMALIK Chiraz	M.C.A. Université de Tunis El-Manar

Année : 2016

R e m e r c i e m e n t s

Au terme de ce travail,

Je tiens à remercier Dieu le Tout-Puissant qui m'a donné tout le courage, la sagesse et la patience pour terminer ce travail.

Tout d'abord, je voudrais remercier **Pr BOUNOUALA Mohamed** de l'Université Badji Mokhtar-Annaba qui m'a fait confiance en acceptant de diriger ma thèse de doctorat, très reconnaissant de l'opportunité qu'il m'a donnée, ses remarques pertinentes et son dévouement et sa rigueur scientifique resteront pour moi un modèle exemplaire.

Au **Pr CHETTIBI Mohamed** de l'Université Badji Mokhtar-Annaba, j'exprime ma gratitude pour ses conseils fructueux et avoir accepté de présider le jury de soutenance de thèse de doctorat.

Il m'est particulièrement agréable de remercier vivement **Docteur DERAMCHI Karima**, Maître de conférences à l'ENP El-Harrach, Alger, d'avoir acceptée d'être examinatrice de du jury de soutenance.

Je suis heureux de remercier sincèrement **Docteur OULD HAMOU Malek**, Maître de conférences à l'ENP El-Harrach, Alger, d'avoir bien voulu examiner cette thèse et être parmi le jury de soutenance.

Egalement, je remercie vivement **Docteur IDRES Abdelaziz** Maître de conférences à l'Université Badji Mokhtar-Annaba, d'avoir bien voulu examiner cette thèse et de faire partie de ce jury.

J'exprime ma vive reconnaissance au **Dr BABOU ABDELMALIK Chiraz** de l'Université de Tunis El-Manar, de m'avoir accueilli dans son laboratoire de Valorisation des Ressources Minérales et Environnement, pour ses conseils scientifiques, et surtout d'avoir acceptée de juger ce travail en tant que membre invitée.

Mes vifs remerciements à Monsieur BENSELHOUB Aissa, candidat PhD à State Agrarian and Economic University, Dnipropetrovsk, Ukraine pour son aide et sa collaboration étroite avec le Laboratoire de Valorisation des Ressources Minières et Environnement.

Un grand remerciement à toute l'équipe du Laboratoire de Technologie des Matériaux et de Génie des Procédés (LTMGP) de l'Université A. Mira de Béjaia et du laboratoire d'analyse et caractérisation de l'Entreprise de phosphate Djebel Onk (Tébessa) ainsi que le personnel de l'usine de verre (Africaver) Taher Jijel.

D é d i c a c e

Je tiens à dédier ce modeste travail à ma famille pour leur soutien et leur accompagnement dans la vie. En particulier à mes parents, mes frères et sœurs pour tous les efforts et les sacrifices qu'ils ont fait pour moi. J'adresse une reconnaissance sans limite à ma fiancée Belli Soulef pour m'avoir supportée.

Enfin j'exprime mes reconnaissances et ma sympathie à, tous mes amis et collègues d'étude, Chaib Abdeslam, Brikat Abdelghani, Chaâbia Raouf, Chouafa Mohamed, Cheniti Hamza, Badjoudj Salem et Mazaache Zidane.

À ma grande famille, à tous ceux qui ont aimé, aidé ou seulement connu Soufiane.

Dr. BOUABDALLAH Soufiane

R é s u m é

Dans un but d'améliorer la qualité des matières premières du Nord Est d'Algérie et leur application dans le domaine du verre, des échantillons de grès d'El-Aouana (Jijel) ont été soumis à une caractérisation physico-chimique. Pour se faire, des techniques d'analyses ont été utilisées telles que la diffraction à rayons X, la spectrophotométrie d'absorption atomique et enfin une analyse granulochimique par tamisage. D'après ces analyses, on s'aperçoit que la matière première de grès renferme principalement du quartz (SiO_2), contenant principalement des inclusions ferrifères qui représentent des impuretés lors de la fabrication du verre.

L'objectif de ce travail se rapporte à l'étude d'une séparation magnétique à haute intensité pour obtenir de la silice à haute pureté tout en réduisant l'oxyde de fer aux normes admissibles pour l'élaboration des verres. Ainsi, les résultats d'essais obtenus par ce procédé sont encourageant en teneur titrant 99,02 % SiO_2 et 0,1 % Fe_2O_3 . En outre, un procédé de lixiviation à l'aide d'acide chlorhydrique a été réalisé dans diverses conditions expérimentales; les paramètres de lixiviation étudiés concernent la concentration d'acide chlorhydrique, la température et le temps de contact. Les résultats obtenus par lixiviation acide sont très significatifs car ils présentent une meilleure élimination de l'oxyde de fer après 150 minutes de traitement à la température de 90 °C avec une concentration de 3 mol/l, le concentré final obtenu titre 99,16 % SiO_2 d'une teneur de 0,01 % Fe_2O_3 .

Mots-clés: Jijel, Grès, Caractérisation, Séparation magnétique, Lixiviation, Verre.

A b s t r a c t

To improve the quality of raw materials from North East Algeria and their application in the field of flat glass manufacturing, the sandstone of El-Aouana (Jijel) was subjected to a physicochemical characterization. Analysis techniques such as X-ray diffraction, atomic absorption spectrophotometry and a chemical analysis of size fractions by sieving were used. According to these analyzes, it is noticed that sandstone feedstock contains primarily quartz (SiO_2), as well as ferriferous minerals primarily represent as impurities during glass manufacturing.

The objective of this work relates to the study of a high -intensity magnetic separation to obtain high-purity silica while reducing iron oxide to acceptable for the elaboration of glasses. Thus, test results obtained by this method are encouraging content grading 99.02 % of SiO_2 and 0.1 % of Fe_2O_3 . Moreover, a leach process using hydrochloric acid was carried in various experimental conditions; leaching parameters studied concern hydrochloric concentration, temperature, and time of contact. The obtained results by acid leaching are very significant because they exhibit a better removal of iron oxide after 150 min of treatment at temperature 90 °C with a 3 mol/l, a concentrate obtained final of 99,16 % SiO_2 with a content of 0,01 % Fe_2O_3 .

Keywords: Jijel, Sandstone, Characterization, Magnetic separation, Leaching, Glass

ملخص

لغرض الاستفادة من المواد الخام المتواجدة شمال شرق الجزائر لاستعمالها في تصنيع الزجاج . قمنا بإخضاع عينات من الحجر الرملي لمخزون العوانة (جيجل) لتوصيف الخصائص الفيزيائية و الكيميائية لأجل ذلك استخدمت تقنيات التحليل بالأشعة السينية (التركيب المعدني) ، القياس الطيفي للامتصاص الذري (التركيب الكيميائي) وأخيرا التحاليل الحبيبية الكيميائية بالغرلة. التحاليل التي أجريت على الحجر الرملي المستغل على مستوى هذا المنجم أثبتت أنه يحتوي في المقام الأول على الكوارتز الحامل لكميات مختلفة من الشوائب لكأكسيد الحديد الذي يؤثر سلبا على نوعية الزجاج المصنع.

يستند الهدف من هذا العمل على خصائص محددة من الشوائب، هو دراسة إمكانية الفصل المغناطيسي عالية الكثافة للحصول على السليكا عالية النقاء مع تقليل أكسيد الحديد للمعايير المؤهلة لتحسين نوعية الزجاج . وأظهرت التحاليل الكيميائية لنتائج التجارب المتحصل عليها عن طريق الفصل المغناطيسي عالية كثافة إلى تحسين نوعية السليكا في التركيز المعالج حيث وصلت الى نسبة 99.02% بالمقابل أن نسبة أكسيد الحديد تناقصت الى 0,1%. وبالإضافة إلى ذلك، تمت دراسة عملية الرشح باستخدام حمض الهيدروكلوريك تحت ظروف تجريبية مختلفة. وكانت العوامل المتغيرة المدروسة هي: تركيز الهيدروكلوريك، درجة الحرارة والزمن . اظهرت النتائج المحصل عليها ان عملية الرشح المدروسة اعطت احسن النتائج لإزالة أكسيد الحديد بعد 150 دقيقة من المعالجة تحت تأثير درجة حرارة تقدر ب 90 مئوية تركيز 3 مول/ل، المركز النهائي المتحصل عليه يقدر ب 99,16% من أكسيد السيليس ونسبة 0,01% من أكسيد الحديد .

الكلمات المفتاحية: جيجل, الحجر الرملي, الفصل المغناطيسي, الرشح, الزجاج.

G l o s s a i r e

Minéralogie : branche de la géologie qui traite des minéraux, de leurs propriétés chimiques et physiques ainsi que de leur identification.

Minéralurgie : ensemble des procédés par lesquels un minerai brut extrait d'une mine est séparé afin de le débarrasser des minéraux indésirables dont la valeur est négligeable.

Grès : une roche sédimentaire constituée par une agrégation des grains de sables.

Silice : dioxyde de silicium (SiO_2) existant sous plusieurs formes minérales et dont la plus commune est le quartz.

Quartz : principale espèce minérale sous laquelle se présente la silice (SiO_2).

Verre : solide silicaté amorphe produit par un refroidissement trop rapide des liquides silicatés pour permettre la cristallisation.

Échantillonnage : C'est la sélection d'une partie d'un tout. il est utilisé pour décrire les processus impliqués dans la recherche d'un nombre raisonnable de matériels qui est représentatif de l'ensemble.

Échantillon homogène : l'échantillon est la même partout

Échantillon représentatif : un échantillon dont le contenu possède les mêmes caractéristiques que le système à partir duquel il est extrait

Traitement : ensemble des opérations que l'on fait subir aux matières premières

Tamissage : opération visant à séparer un ensemble de particules en fonction de leur taille à l'aide d'un tamis.

Granulométrie : mesure des dimensions des grains d'un mélange dont le résultat est présenté sous forme de répartition statistique (distribution).

Degré de libération : pourcentage d'un minéral donné présent en tant que particule libre dans un mélange.

Enrichissement : La concentration ou l'enrichissement des minéraux précieux dans un minerai

Attrition : opération visant à détacher les particules fines qui adhèrent aux grosses particules et à nettoyer les particules de la couche de contaminants qui les enrobe par friction des particules les unes contre les autres.

Lixiviation : Dans les opérations minières, l'utilisation de cyanure dissous dans l'eau, ou autre produit chimique, qui est déversé sur du minerai finement écrasé pour dissoudre et extraire le métal désiré.

Concentré : produit obtenu à la sortie d'un procédé minéralurgique comportant la portion enrichie (minéraux de valeur).

Rejet : produit obtenu à la sortie d'un procédé minéralurgique comportant la portion appauvrie

Gangue : substance stérile associée au minerai ou qui entoure une pierre précieuse dans un gisement. Il s'agit donc des minéraux indésirables dont la valeur est négligeable.

Gisement minéral : Masse de minéraux ou roche consolidée ou non consolidée, qui peut être utilisée pour l'obtention d'un minéral ou d'un métal de valeur économique. Toute concentration naturelle de substances minérales utiles (minerais) dont la teneur et le cubage sont tels qu'on puisse en envisager l'exploitation.

Minerai (n.m.) Minéral contenant (à l'état pur ou combiné) une ou plusieurs substances chimiques déterminées en proportions telles qu'on puisse les isoler industriellement.

Minéral : Un composé inorganique qui existe naturellement dans la croûte terrestre, avec un ensemble distinctif de propriétés physiques et une composition chimique définie.

pH : mesure de degré d'acidité ou d'alcalinité d'une solution. Il s'agit du logarithme décimal inverse de la concentration en ions H⁺.

Impact : Changement (positif ou négatif) dans l'environnement naturel ou humain, comme un résultat direct ou indirect d'une action ou d'une proposition.

Abréviations et sigles utilisés

SiO₂	Dioxyde de silicium
HCl	Acide chlorhydrique
DRX	Diffraction des rayons X
FX	Fluorescence des rayons X
rpm	Rotations par minute
AFNOR	Agence française de normalisation
T_f	Température de fusion du verre (°C)
T_g	Température de transition vitreuse du verre (°C)
G	Gramme
kg	Kilogramme
mg	Milligramme
km	Kilomètre
h	Heure
%	Pourcentage
µm	Micromètre
ppm	Partie par million (1 ppm = 0,0001%)
l	Litre
F_g	Force de gravité (N)
M	Masse (kg)
T	Température (°C)
t	Temps (s)
V	Volume (m ³)
θ	Angle (°)/ (rad)
ρ_f	Masse volumique du fluide (kg / m ³)
ρ_p	Masse volumique de la particule (kg/m ³)
RN	Route Nationale

Table des matières

Remerciements.....	i
Dédicace.....	ii
Résumé.....	iii
Abstract.....	iv
ملخص.....	v
Glossaire.....	vi
Abréviations et sigles utilisés.....	viii
Table des matières.....	ix
Liste des tableaux.....	xiii
Liste des figures.....	xiv
Introduction.....	1
Chapitre 1. Appréciation des conditions géologiques et minières du gisement d’El-Aouana (Jijel)	
1. Localisation du gisement d’El-Aouana.....	4
2. Reconnaissance géologique régionale.....	5
3. Le cadre lithostratigraphie régionale.....	7
4. Géologie du gisement d’El-Aouana	10
4.1. Pétrographie	10
4.2. Etude géologique du banc de grès.....	12
4.2.1. Couleur.....	12
4.2.2. Dureté	12
4.2.3. Granulométrie	12
5. Chimie-minéralogie des échantillons de grès.....	13
6. Propriétés physiques du grès d’El –Aouana.....	16
Conclusion	16
Chapitre 2. Analyses de la littérature scientifique sur l’enrichissement des grès (des sables) et élaboration du verre	
1. Les spécifications de sable siliceux utilisé pour la verrerie.....	18
2. État naturel de la silice.....	19
2.1. Sable siliceux.....	19
2.1.1. Production et réserves mondiales.....	20
2.1.2. Marché et acteurs mondiaux	20
2.1.3. Prix de silice.....	21
3. Les produits de verre : Exigences technologiques	21
3.1. Granulométrie des produits verrières.....	21

3.2. Composition chimique et minéralogique du sable.....	22
4. Matière première : préparation et enrichissement des grès	22
4.1. Préparation mécanique des grès (sable siliceux).....	23
4.2. Procédés d'enrichissement de sable siliceux	24
5. Séparation par voie physique.....	25
5.1. Attrition de sable siliceux	25
5.1.2. Paramètres opératoires.....	26
5.2. Séparation gravimétrique.....	27
5.3. Séparation gravimétrique de sable siliceux.....	29
5.4. Séparation magnétique.....	29
5.4.1. Les propriétés magnétiques.....	31
5.5. Séparation magnétique de sable siliceux	33
6. Séparation par voie physico-chimique (flottation).....	34
6.1. Définition et principe.....	34
6.2. Réactifs chimiques de flottation	35
6.3. Flottation de sable siliceux.....	35
7. Séparation par voie chimique (lixiviation).....	39
7. 1. Essais de lixiviation: conditions et paramètres.....	39
7.1.1. Le pH du milieu.....	40
7.1.2. Rapport solide /liquide ou dilution.....	40
7.1.3. Température du milieu.....	40
7.1.4. Durée de l'essai (temps de séjour).....	41
7.2. Lixiviation de sable siliceux.....	42
8. Traitements biologiques (biolixiviation).....	44
9. Généralités sur le verre.....	46
9.1. Histoire du verre.....	46
9.2. Définition du verre.....	46
9.1.2. La transition vitreuse.....	47
9.4. Viscosité du verre.....	48
9.4.1. Comportement de la viscosité en fonction de la température.....	48
9.5. Les matières premières.....	49
9.6. Structure des verres.....	50
9.7. Composition des verres.....	51
9.8. Elaboration du verre.....	54
9.9. Propriétés des verres.....	56
9.9.1. Propriétés physiques.....	56
9.9.2. Propriété chimique.....	57
9.9.3. Propriétés thermiques.....	57
9.10. Famille des verres.....	57

Conclusion.....	61
-----------------	----

CHAPITRE 3. Caractérisation physico-chimique de grès d'El-Aouana (Jijel)

1. Échantillonnage.....	62
2. Préparations des échantillons pour analyse physico-chimique.....	62
2.1. Quartage.....	63
2.2. Observations macroscopique d'échantillon.....	65
3. Observations microscopiques.....	65
3.1. Préparation des lames.....	65
3.2. Polissage mécanique.....	66
3.3. Examen au microscope optique (MO).....	66
4. Caractérisation physico-chimique.....	67
4.1. Etude granulométrique.....	67
4.1.1. Tamisage des échantillons.....	67
4.2. Analyses chimique et minéralogique.....	68
4.2.1. Composition chimique	68
4.2.2. Diffraction des rayons X.....	69
4.2.3. Caractérisation minéralogique de grès	70
5. Résultats.....	71
5.1. Observation des fractions granulométriques par microscope optique	71
5.2. Descriptions des lames minces.....	73
5.3. Analyse chimique de la matière première.....	73
5.4. Distribution granulométrique par tamisage.....	73
5.4.1. Evolution de pourcentage massique.....	75
5.5. Analyse granulo-chimique du tout-venant	75
5.5.1. Evolution de la silice	76
5.5.2. Evolution de l'oxyde de fer et de titane	77
5.7. Analyses minéralogiques par diffraction des rayons X.....	78
Conclusion.....	80

CHAPITRE 4. Tests d'enrichissement de grès d'El-Aouana (Jijel)

1. Le sable siliceux en Algérie.....	81
2. Analyse des procédés de preparation et d'enrichissement des grès d'El-Aouana (Jijel).....	82
2.1. Mode d'exploitation et réserves géologiques de grès d'El -Aouana	82
2.2. Description des procédés appliqués pour l'enrichissement du grès d'El-Aouana.....	83
2.2.1. Principes généraux.....	83
2.2.2. Préparation mécanique à la carrière.....	84

2.2.3. Unité de traitement Africaver.....	85
3. Essais expérimentaux.....	88
3.1. Choix de la fraction.....	88
3.2. Tamisage préalable.....	88
3.3. Méthodes de préparation des échantillons.....	89
3.3.1. Mode de broyage.....	89
3.3.2. Les conditions optimales de broyage.....	89
3.3.3. Broyage des échantillons de grès.....	90
3.3.4. Analyse par tamisage des échantillons broyés.....	90
3.4. Déschlammage des échantillons.....	91
3.4.1. But de l'essai.....	91
3.4.2. Procédure.....	91
4. Essais de séparation magnétique.....	91
5. Essais chimiques.....	93
5.1. Définition et objectif de la lixiviation.....	93
5.2. Méthodologie.....	94
5.3. Risques de drainage minier acide.....	96
5.3. 1.Traitement effluents acide.....	97
6. Résultats expérimentaux.....	97
6.1. Etude de la broyabilité du grès.....	97
6.2. Analyse chimique de l'échantillon lavé.....	99
6.3. Séparation magnétique à haute intensité des inclusions ferrifères.....	99
6.4. Attaque chimique des échantillons.....	100
6.4.1. Effet des températures de réaction.....	101
7. Bilan et calcul de l'efficacité d'élimination de Fe_2O_3	102
7.1. Calcul de l'efficacité de la séparation magnétique.....	102
7. 2. Calcul de l'efficacité du traitement chimique.....	103
8. Schéma proposé pour la préparation et l'enrichissement des grès d'El – Aouana.....	104
Conclusion.....	106
Conclusions générales et perspectives.....	107
Bibliographie.....	109
Annexe A.....	115
Annexe B.....	119
Annexe C.....	120

Liste des tableaux

Tableau 1. Analyse chimique de grès d'El-Aouana (Jijel).....	15
Tableau 2. Propriétés physiques des grès.....	16
Tableau 3. Spécifications de sable de silice pour différents usages.....	19
Tableau 4. Conditions d'application des méthodes minéralurgiques.....	24
Tableau 5. Influence du temps d'attrition sur la libération d'impureté et l'élimination.....	27
Tableau 6. Résultats de séparation par table à secousse suivait par une séparation magnétique.....	29
Tableau 7. Composition chimique de quelques verres.....	50
Tableau 8. Métaux de transition : formes oxydées rencontrées dans les verres de silicates.....	54
Tableau 9. Verres listés par catégorie, domaine de composition et applications..	58
Tableau 10. Composition chimique de grès brut.....	73
Tableau 11. Pourcentages massiques des différentes fractions granulométriques de grès concasse à 5 mm.....	74
Tableau 12. Résultats des analyses chimiques des fractions de grès d'El Aouana.....	76
Tableau 13. Rapports solide/liquide pour les diverses concentrations en acide chlorhydrique.....	94
Tableau 14. Résultats d'Analyse chimique d'échantillon lavé.....	99
Tableau 15. Résultats d'analyses chimiques des échantillons traités par séparation magnétique.....	99
Tableau 16. Effet de l'intensité du courant sur l'efficacité de l'élimination du fer.....	103
Tableau 17. Efficacité de l'élimination du fer pour différentes concentrations....	103
Tableau 18. L'efficacité de l'élimination du fer à des températures différentes avec une concentration de 3 mol/L.....	104

Listes des figures

Figure 1. Situation géographique du gisement de grès.....	4
Figure 2. Complexe magmatique de la zone d'étude.....	9
Figure 3. Influence du temps d'attrition sur le rendement d'attrition.....	26
Figure 4. Schéma de traitement du sable de grès Jeddah.....	37
Figure 5. Effet du pH (H_2SO_4) sur l'efficacité de l'élimination de l'hématite.....	38
Figure 6. Effet de la quantité de collecteur (série Aero-800) sur l'efficacité de l'élimination de l'hématite.....	38
Figure 7. Effet de la température sur le rendement de lixiviation du fer à partir de sable de silice.....	41
Figure 8.Élimination du fer à partir du sable de Hohenbocka pendant la lixiviation par percolation avec de l'acide sulfurique à un pH différent (taux d'écoulement de la solution de lixiviation: 10 ml / min, température ambiante: 22 à 25 °C).....	43
Figure 9. Schéma proposé pour le traitement de sable de Hohenbock (Germany).....	44
Figure 10. Variation du volume spécifique V d'un verre en fonction de la température.....	48
Figure 11.Variations de la viscosité d'un verre silico-sodo-calcique industriel en fonction de la température.....	49
Figure 12. Représentation schématique réseaux de silice (silice cristallisée - à gauche) et (silice vitreuse - à droite) formateurs de réseau.....	51
Figure 13. Création d'un oxygène non-pontant dans un verre silicaté par l'introduction d'oxyde modificateur Na_2O	52
Figure 14. Représentation schématique plane d'un verre sodique ; les ions modificateurs cassent le réseau en se liant à des atomes d'oxygène non-pontants.....	53
Figure 15. Protocole d'échantillonnage des grès.....	63
Figure 16. Opération de quartage.....	64
Figure 17. Observations des grains de sable à l'échelle macroscopique.....	65

Figure 18. Microscope métallographique Olympus BX51.....	66
Figure 19. Auto-Analyseur-Technicon Type III.....	69
Figure 20. Conditions de diffractions des rayons X sur les plans cristallins (Loi de Bragg).....	70
Figure 21. Observations des grains de grès au microscope optique.....	71
Figure 22. Observations des lames minces de grès au microscope métallographique.....	73
Figure 23. Courbe de la distribution de la taille des particules.....	75
Figure 24. Teneur de silice en fonction de la taille des grains de grès.....	77
Figure 25. Teneurs en Fe_2O_3 et TiO_2 en fonction de la taille des grains de grès...	78
Figure 26. Spectre d'un échantillon du grès brut analyse par DRX.....	79
Figure 27. Diagramme de rayons X des différentes fractions des grès.....	80
Figure 28. Carte de l'Algérie (réserve géologiques en sable siliceux).....	82
Figure 29. Vue générale de la carrière du grès d'El-Aouana (Jijel).....	83
Figure 30. Schéma de principe du traitement du grès d'El-Aouana à la carrière.....	85
Figure 31. Schéma technologique de traitement des grès d'El -Aouana.....	87
Figure 32. Séparateur magnétique à champ intense (SMHI) de laboratoire.....	93
Figure 33. Méthodologie appliquée pour la lixiviation à température ambiante...	95
Figure 34. Méthodologie appliquée pour la lixiviation à différent température...	96
Figure 35. Effet de la durée de broyage sur le rendement massique.....	98
Figure 36. Effet de l'intensité du courant électrique sur la séparation magnétique à haute intensité(SMHI).....	100
Figure 37. Lixiviation du fer à partir de sable de silice à différentes concentrations de l'acide chlorhydrique (25 ° C).....	101
Figure 38. Lixiviation du fer à partir de sable de silice avec de l'acide chlorhydrique (3 mol / L) en fonction du temps à différentes températures.....	102
Figure 39. Schéma proposé pour la préparation et l'enrichissement des grès d'El-Aouana	105

I N T R O D U C T I O N

Le verre est un matériau dont les propriétés ont pu être considérablement améliorées au cours du temps en jouant d'abord sur la composition, la microstructure et la maîtrise de la surface. Ce sujet, qui présente les grandes tendances actuelles des développements technologiques des produits vitreux industriels, montre que le verre reste un matériau d'une grande modernité et de grand avenir.

Au passé, le verre a été longuement considéré comme un matériau omniprésent dans notre vie quotidienne, il possède de nombreuses qualités. Il est facile à modeler, transparent et peut prendre de nombreuses formes. Ces qualités le placent dans divers domaines : dans le vitrage, ustensile de cuisine et décoration.

Aujourd'hui, le développement formidable de la science et la technologie a promu le verre à un rang d'un matériau noble pour plusieurs applications. La technologie verrière utilisée actuellement a permis d'atteindre des performances remarquables dans tous les domaines connexes de l'optoélectronique: fibres optiques pour les télécommunications, revêtements anti-réfléchissants pour capteurs solaires, lasers médicaux, mais il est aussi largement utilisé dans le bâtiment, le transport, l'éclairage...

La silice (SiO_2) représente un composant principal utilisé dans de diverses applications telles que la fabrication des verres, les céramiques, les fonderies (Asmatulu, 2002) et même pour la fabrication des cellules photovoltaïques (Benmeddour, 2010, Rahmouni, 2010). Malgré cette importance, l'utilisation de sables siliceux en Algérie reste limitée suite à la qualité du matériau renfermant des inclusions minérales nocives. C'est le cas du gisement d'El-Aouana où la présence d'impureté notamment l'oxyde de fer limite industriellement l'utilisation du grès pour la production du verre de qualité. Donc, on doit rechercher des considérations physico-chimiques, particulièrement la pureté de sable qui doit répondre aux normes strictes des verriers dont la teneur en SiO_2 doit être supérieure à 99 % contre Fe_2O_3 inférieure à 0,03 % (Farmer et al., 2000). En outre, la granulométrie à

également une influence majeure sur la libération des minéraux siliceux par rapport à la gangue. Les tailles moyennes des grains de quartz utilisées dans les fours verriers sont comprises entre 100 et 250 μm (Grunberg, 2012).

Cette étude présente une démarche visant à améliorer la qualité du grès tout en diminuant sa teneur en fer et en augmentant sa teneur de silice. Cette démarche est basée sur des analyses de la composition des matériaux ayant subi des préparations préalables de broyage. Selon les objectifs visés pour l'élaboration du verre, une caractérisation physico-chimique de la matière première du grès est nécessaire et à cet effet des analyses granulo-chimiques et minéralogiques sont d'une importance capitale pour mieux cerner les caractéristiques naturelles de la matière première. Il ressort que le grès d'El-Aouana n'est pas suffisamment pur pour être exploité comme matière première pour l'industrie du verre.

Après un traitement à l'acide chlorhydrique précédé d'une séparation magnétique, la teneur en fer a réellement diminuée pour atteindre le seuil de tolérance. Les résultats aussi obtenus en teneur et, en récupération SiO_2 sont très encourageants.

Pour se faire quatre chapitres, en plus de l'introduction générale et des conclusions sont développés et ce pour atteindre les objectifs attendus.

Le premier chapitre a fait l'objet d'une appréciation des conditions géologiques du gisement du grès d'El-Aouana, à savoir la genèse du gisement, stratigraphie et minéralisation.

Le deuxième chapitre, consacré à littérature scientifique sur la nature et l'industrie du verre. Dans une première partie, une analyse bibliographique est minutieusement commentée sur les études expérimentales d'enrichissement de sable, la séparation physique, physico-chimique, chimique et biologique. Le deuxième volet concerne les propriétés physiques et chimiques du verre et élaboration des verres.

Le troisième chapitre correspond à la première partie du travail de cette étude, portant sur la caractérisation physico-chimique de grès. Les techniques de tamisage, d'analyse minéralogique, ainsi que les divers outils d'analyse

chimique et microscopique utilisés pour cette caractérisation y sont présentés, autant sous l'aspect théorique que sur la méthodologie de recherche appliquée. Les résultats de ces analyses sont présentés puis discutés à la fin de ce chapitre.

Le quatrième et dernier chapitre de cette thèse est consacré à l'étude expérimentale visant à séparer les inclusions nocives d'oxyde de fer de la matière première gréseuse. Tout d'abord, Le premier intérêt réside dans le fait que ces expérimentations ont permis caractériser expérimentalement l'efficacité du champ magnétique réalisé et l'estimation des limites de son utilisation . De la même manière, la séparation chimique par lixiviation acide est présentée, avec l'étude de l'influence des paramètres opératoires. Une discussion des résultats obtenus par les études expérimentales ainsi que l'interprétation des résultats nous ont permis de suggérer un schéma de traitement pour la cas de la matière première d'El-Aouana/Jijel en vue d'améliorer et de diversifier les nuances de verre.

CHAPITRE 1

APPRECIATION DES CONDITIONS GEOLOGIQUES ET MINIERES DU GISEMENT D'EL-AOUANA (JIJEL)

1. Localisation du gisement d'El-Aouana

Le gisement de grès d'El -Aouana se trouve sur le littoral, dans le nord de la petite Kabylie, au Nord Est d'Algérie. Le gisement de grès d'El -Aouana est situé à 7 km à l'Ouest de la ville de Jijel, en bordure de la Route Nationale 43 reliant Jijel à Bejaïa et à 24 km de l'usine de traitement du grès (Africaver) dans la région de Taher (figure 1).

Le produit naturel des grès est destiné à être transformé en sable fin dont le but est d'élaborer du verre imprimé et du silicate de soude pour approvisionner les utilisateurs de ces produits.



Figure1. Situation géographique du gisement de grès

La région de Jijel est caractérisée par un climat méditerranéen chaud en été et humide en hiver. L'importance pluviométrique de la région a favorisé le

développement d'une couverture végétale exceptionnelle, ces végétaux sont composés essentiellement de chênes lièges et de broussailles. Le réseau hydrographique de la région de Jijel est représenté par de nombreux oueds et ruisseaux dont certains sont alimentés à partir de sources ou l'écoulement de l'eau permanent. Les cours d'eaux les plus importants se jettent dans la mer, montrent un écoulement orientés sensiblement du Sud vers le Nord. Ces cours d'eaux sont : l'Oued kissir, l'Oued Djenjen et l'Oued el-Mencha.

2. Reconnaissance géologique régionale

La documentation géologique se rapportant à la géologie de la wilaya est composée principalement des rapports concernant la recherche de différentes matières premières minérales. Les données géologiques concernent seulement quelques régions étroites.

Notre résumé ne comprend que les rapports qui touchent notre zone d'étude ou comprennent des informations relatives à la recherche de sable ou de grès pour l'industrie du verre. Ces rapports se résument comme suit :

-En 1976, lors des recherches sur les quartzites pour la production de ferro-silicium dans la région avoisinante la ville de Jijel, une série d'indices de grès numidiens quartzitoides a été mise en relief. Les travaux de prospection n'ont pas eu lieu. La recherche est s'effectue par la société nationale de la recherche miniers (SONARM 1976) dans le rapport, il a des indices de la région de l'Oued kebir, M'Zara, Seddana, Texenna, Jijel, Teioussem, Kef Arzouli, Djebble El Hadjar, Oued Zhour. L'indice de Jijel est un grès quartzeux appartenant au complexe numidien supérieur et qui est l'actuelle carrière de grès de l'usine de verre.

-En 1978, la société national des matériaux de construction (SNMC) a effectue des recherche pour les matériaux de construction pour réaliser le projet du briquatrie-tuiterie Jijel.

-En 1978, des grandes recherches de sables quartzeux pour la verrerie et le moulage ont été exécutées dans tout l'Est algérien. Sur le territoire de la wilaya de Jijel, les indices de sable dunaires mis en évidence (Oued El kebir, Oued Nil, Oued Zhour, Ech-chouf) présentent un intérêt en tant que matière

première de constriction et éventuellement de moulage. Par contre on n'a pas mis en évidence des indices de sable apte à la production de verre car la matière première est souillée par des impuretés nuisibles dont l'élimination nécessite une technologie appropriée. D'après la prospection du Société Nationale de Recherche Minier (SONAREM 1979).

-Au résultat des travaux régionaux de recherche exécutés en 1976-1978 dans les régions de l'Algérie du Nord Est, deux complexes litho-stratigraphiques principaux de roches perspectives pour mise en évidence de gîtes industriels de sables quartzeux de moulage et de verre ont été dégagés. L'un de ces complexes est constitué par les dépôts éoliens quaternaires du littoral, le deuxième, par les dépôts du Miocène de bassin peu profond. Les gîtes des sables quartzeux de moulage qui ne nécessitent pas de traitement (ou ceux qui ne nécessitent pas une correction partielle de la composition granulométrique) peuvent être dégagés parmi les deux complexes avec des réserves suffisantes pour l'exploitation. Selon les données des travaux de recherche 20 indices et 5 chantiers de sables quartzeux ont été délimités (Regia, M'Barek, Negrine, ainsi que les indices de Rédim, El- kala, et El- Horia sont perspectifs pour la production de verre.

-Les sables de ces chantiers possèdent la teneur la plus élevée en silice et celle la plus basse en oxydes colorants. Selon les analyses chimiques, minéralogiques et spectrales, leur teneur est comprise entre 0,3 % et 0,5 %, leur majeure partie est liée avec la fraction fine (< 0,1 mm), avec la fraction électromagnétique et lourde, la teneur des autres oxydes (TiO_2 , CuO_2 , V_2O_5) ne dépasse pas les exigences de l'industrie pour les sables de verre.

Selon les travaux de recherche de la société national SONAREM (1976), les différents indices et gisements de quartzite et de grès quartzeux sont situés à :

- M'Zara (30 Km au SE de Jijel)
- Seddana (20 Km au SE de Jijel)
- Texenna et Jijel.

Les deux premiers sont des quartzites précambriens, et les autres sont des grès quartzitoides. L'indice de Jijel, identique avec celui de notre recherche actuelle, l'indice est situé sur le littoral à 6 Km vers l'Ouest de Jijel à proximité de la RN 43, l'indice est associé au flanc Nord du massif des grès numidiens.

Dans leur majorité les grès sont faiblement cimentés, sur l'indice, il existe une carrière pour la construction du port, au fond de la carrière affleurent des grès quartzitoides. Ils se reposent parmi les variétés faiblement consolidées en forme de couche, dont la puissance va jusqu'à 25 mètre avec un pendage de direction Nord Est sous un angle de pendage 70 à 80 °. Parmi les grès, on observe des interlits de schistes argileux, dont la puissance est de 0,2 à 0,3 mètre.

3. Le cadre lithostratigraphie régionale

Le territoire de la wilaya de Jijel constitue la partie de la zone tectonique de la petite Kabylie, les parties Est et centrale sont liées avec plongement de la grande saillie de Skikda - Texenna du fondement précambrien qui passe vers le Sud et l'Ouest dans le complexe plissé des dépôts mézo - cénozoïques de tell atlas.

Le complexe précambrien (Kabylie) est bien disloqué, métamorphisé et déchiré par des roches intrusives. Le complexe métamorphique est représenté en général, par les gneiss, des schistes cristallins variant aux interlits des quartzites ainsi que des calcaires métamorphisés. Parmi les roches intrusives, on distingue les intrusions du précambrien de composition basique et acide, intensément métamorphisées ainsi que les intrusions du néogène, en général granite-porphires. Les formations volcanogènes de composition andésitique sont développées dans la région de cap Cavallo.

Dans la partie Ouest les formations triassiques sont représentées par des roches argilo marneuses gypsifères et salifères, les dépôts jurassiques sont développés aussi dans cette partie en générale de composition dolimito calcareuse.

Les marnes du crétacé supérieur ainsi que l'Eocène sont bien développés, la plus part du territoire est recouverte par les dépôts du Numidien, dans la

partie Sud les formations molassiques du miocène et du pliocène sont bien développées.

Les gneiss scillés du précambrien à partir desquels se sont formées les croûtes d'altération de kaolin.

Les dépôts triassiques sont perspectives pour le sel et le gypse.

Les dépôts jurassiques constitués des assises des dolomies et des calcaires constituent des matières premières pour la métallurgie, les réfractaires, les matériaux de construction, les industries chimique...

Les dépôts de crétacé et de l'éocène constitues de marnes et de calcaires qui peuvent présenter un intérêt comme matière première pour la fabrication du ciment.

Les grès numidiens les variétés pures sont intéressante comme matière première pour le ferro-silicium, les verreries, les réfractaires de dinas, du flux pour la métallurgie non ferreuse. Les variétés moins pures, mais aussi dures peuvent être utilisées pour la construction des ouvrages terrestres du port.

Les argiles du miocène peuvent être perspectives comme matière premières pour la brique.

Les sables du quaternaire des dunes du littoral comme matière première pour la construction.

La région formée par le triangle El-Aouana, Jijel, Texenna est représentée par les formations de la nappe numidienne (argile et grès).

D'après Lingauer et Orosz (1990), le gisement à minéralisation gréseuse se trouve sur le flanc Nord et caractérisé principalement par un complexe magmatique et donnant naissance à des intrusions précambrienne et néogène. Les minéraux sont essentiellement des granits, des granodiorites et des porphyres (figure 2).

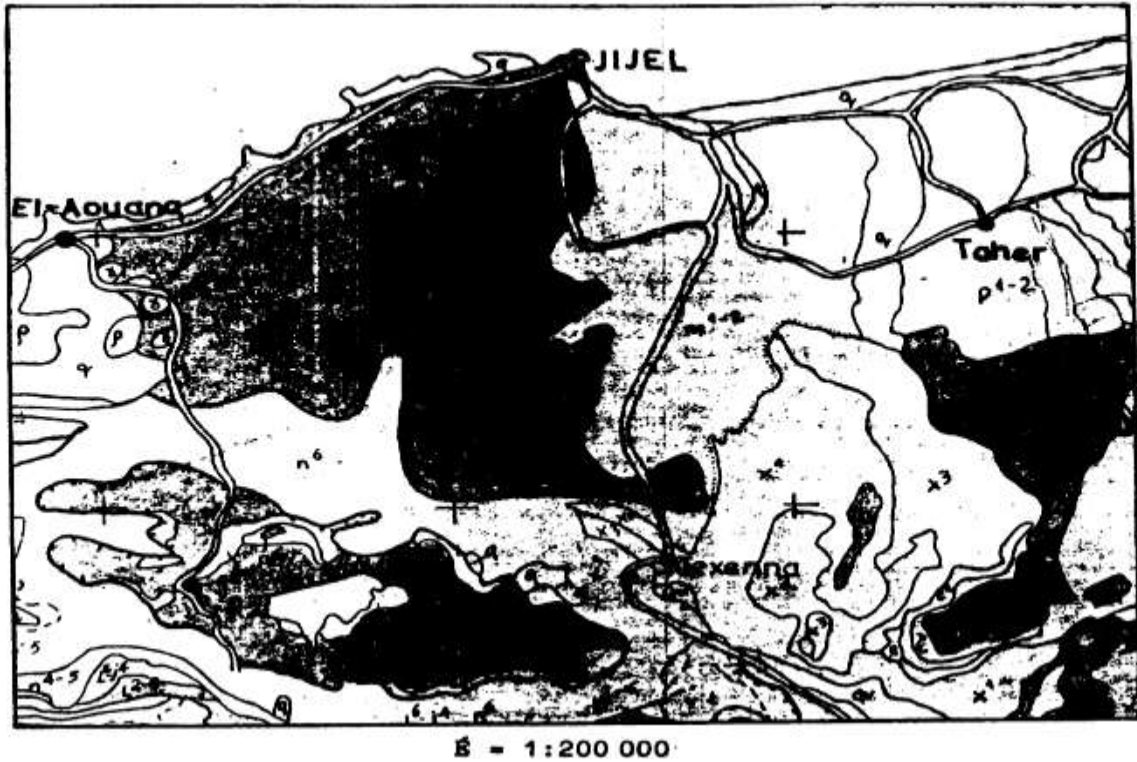


Figure 2. Complexe magmatique de la zone d'étude

Complexe Magmatique

av - intrusions précambrienne : ortho amphibolites roches éruptives basiques.

ρ - intrusions néogène : rhyolites, dacites et tufs associés.

γ - intrusions néogène : granites, granodiorites -porphyres.

Terrains sédimentaires et métamorphiques

X³ - Précambrienne : phillites quartzite, schistes sériciteux, cloriteux, muscoviteux, grès, calcaire.

X^{4φ} - Précambrienne : gneiss ocellés.

X⁴ - Précambrienne : gneiss biotiteux, quartzites, marbres, schistes avec cipolin.

t - Trias : argiles et marnes bariolées, grès compacts.

L^{6-j⁴} - Jurassique, Domérien-oxfordien : marnes et calcaires.

L⁺² - Jurassique, Rhétien- Hettangien : dolomites, calcaires dolomités.

n⁶ - Crétacé inf. Aptien Albien : argiles, aleurolites, grès, calcaires, marnes (flysch).

C¹⁻² - Crétacé sup. Cénomaniens Turoniens : calcaires massifs.

C⁴ - Crétacé sup. Cénomaniens : calcaires marneux.

gn^{-an} - Oligocène, numidien : grès quartzeux, argiles, argilites, grès.

m²⁻¹ - Miocène, Burdigalien Helvétique : grès, argilites, marnes, conglomérats, argiles.

α - Quaternaire : sables dunaires et de plage ; dépôts d'alluvions grésos-galets-cailloutés.

4. Géologie du gisement d'El-Aouana

Dans la géologie du gisement, seules les formations appartenant au Numidien de l'oligocène prennent part. À côté du grès utilisé pour la fabrication du verre, il y a aussi, sur le territoire du gisement, des marnes argileuses de même âge.

Le gisement s'édifie sur une série de changements alternatifs de ces deux formations. La carrière a été ouverte sur une couche de grès large de 70 à 80 mètres comprise dans un large bande de marnes argileuses comprise elle-même dans la série de formations, les marnes argileuses ainsi que les grès sont des formations d'origine marine.

4.1. Pétrographie

Du point de vue pétrographique la matière première est un quartzite mal classifié, à texture compacte, contenant des grains fins, moyens et grossiers, avec plus ou moins de grains fins de gravier.

La couleur est jaune grisâtre et jaune brunâtre dans la zone d'oxydation près de la surface et grise claire dans les parties profondes, le liant des grès est régulièrement le quartz ou la silice et par endroit, représenté par une matière liante argileuse (illite et kaolinite), qui (selon les analyses), forme une fine pellicule sur la surface des grains de sable selon la dominance et l'importance du liant, la dureté varie entre le moyennement dure et le dure, les grès sont de manière irrégulière et surtout le long des fissures, souillés de limonite et dans les parties profondes de pyrite et, par endroits contiennent des stratifications de marnes argileuses d'épaisseur allant de quelques cm à quelques dizaines de cm.

Les marnes argileuses considérées comme stériles sont du point de vue pétrographique homogène, texture compacte, régulièrement à fine stratification, poussiéreuses, et par endroits sableuses.

Près de la surface, sous l'influence des conditions climatologiques, elles sont meubles et se transforment en sol, plus bas, par contre, elles gardent leur couleur grise, grise foncée, les couches épaisses de marnes argileuses contiennent toujours des bandes fines de grés allant jusqu' à quelques dizaines de cm.

Depuis l'oligocène, la région a été soumise à de très fortes influences tectonique, ceci s'observe d'abord par la position culbutée des différentes couches, les couches stratigraphiques d'origine horizontale sont aujourd'hui presque verticales, et dans la carrière, l'inclinaison des couches des grés à exploiter varie entre 70° et 90°, et par endroits, dans la partie nord de la carrière, les couches ont basculé de 10 à 20° par rapport à la verticale.

L'inclinaison des couches de la région étudiée actuellement par sondage varie entre 70 ° et 80 ° et la direction du pendage qui jusque à présent était NNE, s'est transformés en SSE sous l'influence tectonique très forte, les couches ont non seulement culbuté, mais se sont fissurées et agglomérées en plus petits blocs le long des failles, la direction des failles est presque perpendiculaire à la direction de pendage des couches de grés et des dislocations d'environ 10 mètres ont lieu plusieurs fois le long de ces failles.

Toutes ces conditions surtout la position fortement culbutée et l'agglomération tectonique influenceront négativement sur l'exploitation dans cette région.

En ce qui concerne les conditions hydrologiques, les roches ne contiennent pas d'eau libre, et lors de l'exploitation à ciel ouvert, il n'y aura pas de problème d'eau, les couches de marnes argileuses grâce à leur imperméabilité n'absorberont pas les eaux atmosphériques mais les draineront plus bas, les couches de grés grâce à leur structure poreuse et au réseau de fissures conduiront les eaux atmosphériques en profondeur, par conséquent ces eaux ne s'accumuleront pas dans la roche.

4.2. Etude géologique du banc de grès

L'examen macroscopique des sondages implantés dans le gisement de grès d'El Aouana (Jijel) a permis d'établir les faits suivants (Lingauer et Orosz, 1990):

4.2.1. Couleur

Les grès (sables consolidés) possèdent une échelle de couleur qui varie de teintes vives (rouge, jaune) au blanc cassé, contenant toujours des petites sphérules d'oxydes de fer rougeâtre millimétriques. Le blanc jaunâtre est la couleur dominante de ces sédiments, il est toutefois à noter l'existence de passées grises plus dures, véritablement quartzite (quartzarénite: sable quartzueux ciment par de la silice qui a entièrement recristallisée dans les interstices de ce sable).

4.2.2. Dureté

Au broyage il a pu être remarqué une différence de dureté entre différents sondages et même au sein du même sondage. Cette différence est due à des problèmes de compaction du sédiment.

Il n'y a pratiquement pas de sable à proprement parler, il s'agit généralement de grès (sable cimenté par un liant de nature diverse, argiles ...) ce grès ne peut pas se dégrader à la main, mais lors des broyages successifs ils se décomposent presque entièrement. Aux lavages il a pu être évacué une grande partie du liant en général argileux, aussi des oxydes de fer (marron et jaunâtre).

Comme il a été remarqué, la présence de quartzite est le résultat de la recristallisation de la silice et ces quartzites sont plus difficiles à broyer et peuvent accroître le pourcentage de refus à 630 μm jusqu'à 32 %.

4.2.3. Granulométrie

Ces sédiments s'avèrent bien triés, ils se classent entre 0,15 à 1 mm (classe des arénites : dimension des éléments remaniés de 2 à 0,06 mm comprenant les sables et les grès). Les courbes cumulatives se rapprochent

d'un sable dunaire, il n'a d'ailleurs pas été observé de grano-classement (résultat d'un dépôt par des courants, des particules en suspension).

Les figures de charge se trouvent à l'interface des couches de nature différentes (argiles avec le sable), et se présentent parfois sous forme de brèches d'effondrement de plus dizaines de centimètres. Les figures de charge sont plus ou moins délimitées par des microlites argileux.

Il peut être observé des pseudos ratifications qui sont marquées par des colorations vives en jaune et rouge. Il s'agirait d'oxydes de fer qui se seraient à la suite de circulation d'eau dans le sédiment. On retrouve d'ailleurs les mêmes coloris vifs au niveau des fractures (réseau de diaclases par lequel a pu circuler l'eau lors des battements de la nappe phréatique).

5. Chimie-minéralogie des échantillons de grès

L'étude du minerai a été menée sur une caractérisation minéralogique et chimique du minerai de silice extrait à partir de la roche mère des grès. Des échantillons sont soumis à des observations, par microscopie binoculaire, par diffraction aux rayons X et par fluorescence X, les minéraux identifiés sont résumés comme suit:

Grès à grains fins, moyens et grossiers par endroit plus ou moins graveleux, généralement mal classifié, l'intensité d'usure des grains est variable, les grains fins sont faiblement arrondis et les gros sont fortement arrondis.

Le minéral principal de la roche est le quartz (d'origine magmatique et métamorphique) de grandeur variable. La quantité totale des minéraux accessoires ne forme que quelques pourcents, ces minéraux sont : muscovite, biotite, tourmaline, rutile, zircon, titane, pyrite, quartzite, silex, verre volcanique dévitrifié, fluorite.

La quantité du liant est aussi petite, les grains sont cimentés par une matière siliceuse ou argileuse (illite, kaolinite), par fois limoniteuse. Le quartz liant forme souvent des accroissements autour des grains. Les minéraux argileux sont en partie remplissent les pores et en d'autre partie forment des pellicules fines autour des grains de quartz. La pyrite porteuse du principal

élément souillant le fer (Fe) est généralement sous forme saupoudrée répandue dans les pores entre les grains de quartz.

Les échantillons représentent les différents types de grès et l'analyse de phase par diffraction montre en plus du quartz en quantité dominante, des minéraux argileux formant la matière remplissant les grès (illite, kaolinite) et dans quelques échantillons de petites quantités de fer souillant sous forme de pyrite et d'hématite.

Les analyses chimiques complètes des échantillons tout-venant sont présentées au tableau 1 ci-après. Selon les analyses chimiques, le grès est relativement homogène, les valeurs varient dans des intervalles très étroits. Seules les valeurs du fer global montrent un plus grand écart par rapport à la moyenne, ce qui s'explique par la répartition irrégulière des concrétions de la pyrite secondaire.

Les grès frais de couleur claire forment une matière première de très bonne qualité leur teneur en fer est très faible (0,01 à 0,03 %) et la teneur de TiO_2 dans la roche est de 0,2 %. Dans le cas des grès gris, gris foncé les fortes teneurs en hématite (Fe_2O_3), limonite (type FeO-OH , $n\text{H}_2\text{O}$) et en alumine (Al_2O_3) indiquent une forte souillure en pyrite et en argiles.

Tableau 1. Analyse chimique de grès d'El-Aouana (Jijel)

Composition chimique	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	FeO	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	PAF
3/23	97,18	0,18	1,23	0,18	0,08	0,07	0,07	0,06	0,24	0,09	0,62
3/38	91,48	0,40	4,40	0,50	0,12	0,09	0,20	0,06	0,84	0,13	1,77
4/34	97,96	0,19	0,93	0,01	0,07	0,07	0,08	0,07	0,17	-	0,49
4/46.7	97,85	0,18	1,04	0,05	0,07	0,06	0,06	-	0,18	-	0,54
5/13.3	97,78	0,17	1,11	-	0,07	0,07	0,06	0,05	0,21	-	0,51
5/28	97,26	0,18	1,32	0,16	0,07	0,07	0,07	0,03	0,20	-	0,66
6/35	97,33	0,16	1,44	0,01	0,06	0,07	0,08	0,01	0,20	-	0,68
6/62.4	98,02	0,15	0,97	0,09	0,06	0,07	0,06	-	0,15	-	0,46
6/80.3	96,76	0,19	1,37	0,23	0,10	0,07	0,09	0,06	0,26	0,13	0,76
8/12.9	97,55	0,15	1,29	0,03	0,06	0,07	0,08	-	0,23	-	0,59
8/71	97,79	0,15	0,99	0,08	0,07	0,07	0,04	0,05	0,19	0,02	0,54
9/44.8	97,43	0,17	1,36	0,05	0,06	0,06	0,05	-	0,26	-	0,59
9/62.3	97,58	0,15	1,13	0,09	0,08	0,06	0,07	0,05	0,19	0,01	0,58
9/90.3	86,43	0,30	2,92	4,22	0,17	0,08	0,13	0,03	0,58	1,88	3,27
10/6	97,69	0,21	1,25	0,01	0,06	0,07	0,05	-	0,26	-	0,46
10/27	97,72	0,19	1,00	0,13	0,06	0,06	0,08	0,01	0,20	-	0,56
10/49	97,38	0,13	1,05	0,21	0,06	0,07	0,07	0,05	0,18	0,11	0,69
moyenne	96,54	0,20	1,46	0,36	0,08	0,07	0,08	0,03	0,27	0,14	0,81

6. Propriétés physiques des grès d'El -Aouana

D'après les essais réalisés on a les résultats récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 2. Propriétés physiques des grès

N° de l'éprouvette	Résistance à la compression (MPa)	Masse volumétrique (g/cm ³)
s-1/10,00	75,8	2,41
s-1/16,40	59,22	2,43
s-2/23,80	/	2,53
s-3/27,00	/	2,35
s-4/16,20	35,7	2,38
s-6/69,50	/	2,49
s-7/47,50	54,8	2,35
s-9/76,80	37,9	2,51
s-10/20,00	36,0	2,38
moyenne	49,9	2,43

Conclusion

La carrière d'El-Aouana assure la demande de matière première gréseuse pour l'usine de verre de l'ENAVA (entreprise nationale du verre et abrasif) à Taher. Les conditions infrastructurelles sont bonnes le transport de la matière première concassée de la carrière à l'usine se fait par des camions par une route asphaltée. Le gisement est situé dans la partie formée par le triangle Jijel, Texanna, El- Aouana, sur le flanc nord du complexe grès marnes argileuses appartenant à la nappe numidien.

Les formations délimitant le complexe du flysch oligocène sont :

-Miocène : grès, argilites, marnes, conglomérats, argiles.

-Crétacé inférieur : argiles, aleurolitites, grès, calcaires, marnes (flysch).

-Intrusions néogènes : granites, granodiorites, porphyres, rhyolites et tufs associés.

La matière première du gisement est une suite des couches de grès quartzeux formée par une bande large de 70 à 80 mètres avec un pendage de direction Nord- Est, dans cette suite de couches il y a des intercalations de marnes argileuses schisteuses.

Les couches stratigraphiques sus et sous-jacentes du grès stratifié à gros bancs sont des marnes argileuses de couleur brune noire. Ces roches stériles délimitent la couche de grès au Nord et au Sud, la suite des couches fortement technisée à une inclinaison de 70 à 80° vers l'Est par d'autre endroit les couches sont verticales.

La matière première d'après les analyses de laboratoire est un quartzite mal classifié, à texture compacte, contenant des grains fins moyens et grossiers avec plus ou moins de grains fins de gravier, son composant principal est le quartz, en petite quantité par des minéraux argileux. La matière première est relativement homogène, la teneur moyenne des composants principaux est de 96,90 % SiO₂, 1,45 % Al₂O₃, 0,29 % Fe₂O₃.

Les principaux composants nuisibles sont les minéraux du fer (pyrite, limonite) et les minéraux argileux (illite, kaolinite), selon les analyses des échantillons :

- Le zircon se trouve en quantité importante est d'importante quantité par rapport aux autres.

- Les grès de couleur claire considérés macroscopiquement comme minéraux de qualité ayant une faible teneur en fer (Fe₂O₃ : 0,01 %; FeO : 0,06 à 0,07 %).

-Les grès argileux de couleur foncée sont en plus dans la fraction pélitique, souillés par la pyrite et par une matière organique.

CHAPITRE 2

ANALYSE DE LA LITTÉRATURE SCIENTIFIQUE SUR L'ENRICHISSEMENT DES GRES (DES SABLES) ET ELABORATION DU VERRE

Généralement la silice ne se trouve pas pur dans la nature, il a toujours des impuretés tel que les argiles, les oxyde ferrifères et par fois les minéraux lourds. Tout ça provoqué les chercheurs dans ce domaine de trouver un processus de traitement ou de valorisation de ce minerai selon les exigences qualitatif et quantitatif pour des fins de l'industrie.

Pour cette raison, la première partie de ce chapitre on va analyser quelque méthode qui est utilisées dans l'industrie minière pour d'enrichissement du grès (sable).

Le second partie est consacré aux notions générales sur le verre et de donner une vue d'ensemble sur ces matériaux, leurs élaborations, leurs structures et leurs propriétés.

1. Les spécifications de sable siliceux utilisé pour la verrerie

L'industrie du verre a établi différentes spécifications de la norme pour le sable de silice destinée à sept types de verre. Les exigences pour ces qualités de silice de sable sont énoncées dans la norme BS 2975:1988, méthodes standards britanniques pour l'échantillonnage et l'analyse de sable verrerie (BS 2975) qui couvre les applications suivantes (Ramadan, 2014) :

- ❖ Verre optique et ophtalmique Grade A
- ❖ Table et de verre cristal de catégorie B
- ❖ verre borosilicate de grade C
- ❖ Incolore (ou clair) verre d'emballage Catégorie D
- ❖ Verre plat effacer grade E
- ❖ Coloré verre d'emballage catégorie F
- ❖ Verre pour fibres isolantes année G

D'après Chammas et al (2001), le sable de haute qualité contenant une quantité mineure d'oxyde de fer et d'alumine est préféré pour la fabrication du verre de qualité. Les spécifications pour les différentes utilisations de sable sont récapitulées dans le tableau 3.

Tableau 3. Spécifications de sable de silice pour différents usages

Domaine d'utilisation	Taille des particules (μm)	Composition chimique
Verre de qualité	100-600	SiO_2 98,5 à 99 %, Al_2O_3 0,2 à 1,6 %, Fe_2O_3 (< 0,18 % verre récipient) et Fe_2O_3 < 0,04 % verre plat
verre de première qualité		SiO_2 99,8 %, < Al_2O_3 0,1 %, Fe_2O_3 < 0,02 %
Verre optique		Fe_2O_3 < 10 ppm
Fibres optique		Fe_2O_3 < 1 ppm
céramique de qualité	< 75	SiO_2 97,5 %, Al_2O_3 < 0,55 %, Fe_2O_3 < 0,2 %
céramique prime plus élevée	< 45	Fe_2O_3 < 100 ppm
réfractaires		SiO_2 > 97 %, Al_2O_3 < 0,1%, Fe_2O_3 < 0,2 %, alcalis < 0,3 %
Fonderie de qualité		SiO_2 98,6 à 99,6 %, Al_2O_3 0,08 à 0,5 %, Fe_2O_3 < 0,03 %

2. État naturel de la silice

2.1. Sable siliceux

Le terme sable est généralement utilisé pour désigner un mélange de grains meuble n'ayant aucune cohésion et dont la dimension des grains est généralement comprise entre 0,062 et 2 mm. Du point de vue géologique, le terme sable recouvre deux aspects : un aspect granulométrique (taille des grains) et un aspect minéralogique (nature minéralogique des grains). Une particule individuelle est appelée grain de sable.

Le sable peut avoir une origine naturelle ou artificielle ; d'origine naturelle, il provient de la désagrégation naturelle de roches au cours de leur processus d'érosion, artificiel, il est obtenu par broyage de roches massives après des opérations de concassage et de criblage, il est appelé aussi sable de carrière, il est caractérisé par des grains aux aspérités marquées.

Le grès est une roche sédimentaire composée de grains de quartz consolidés par un minéral agglomérant. Les grès, dans lesquels l'argile, la calcite ou l'oxyde de fer constitue le minéral agglomérant, sont généralement très friables et se désagrègent facilement en grains. D'autres grès, comme ceux dont le ciment est siliceux, peuvent l'être moins et se désagréger moins facilement. La plupart des grès sont blancs, gris ou bruns et renferment des quantités variables d'impuretés minérales attribuables, par exemple, au feldspath, à la hornblende, à la magnétite, à la pyrite, à des taches d'oxyde de fer et au mica.

Le quartzite est un grès métamorphisé dur et compact qui se compose de grains de quartz solidement consolidés par un ciment siliceux. Après leur fusion avec le ciment siliceux, les grains de quartz d'origine forment une masse homogène.

2.1.1. Production et réserves mondiales

La production mondiale de sable siliceux pour l'industrie, de l'ordre de 120 à 150 Mt par année (Dumont, 2006), est dominée par les USA (24 %), les Pays-Bas (20 %), la France, l'Allemagne et l'Autriche produisant environ 5 % chacun. Une trentaine de pays ont une production supérieure à 1 Mt/ an. Les réserves mondiales sont importantes et représentent plus d'un siècle au rythme de production actuelle.

2.1.2. Marché et acteurs mondiaux

Les matériaux siliceux, à l'exception du quartz ultra-pur, sont des produits pondéreux qui voyagent peu et sont surtout destinés à être transformés près de leur lieu d'extraction. Les produits manufacturés au contraire peuvent être envoyés loin de leur lieu de fabrication.

Les marchés mondiaux des produits siliceux sont très variés et complexes. En ce qui concerne celui du verre, il est dominé par Saint Gobain (France), Pilkington (GB), Sibelco et Glaverbel (Belgique), Guardian (USA).

2.1.3. Prix de silice

Le prix de sable siliceux varie en fonction de ses caractéristiques, tels que la granulométrie et la pureté, par exemple le sable siliceux destinées pour les charges minérales peut être quatre à cinq fois supérieur par rapport au sable siliceux destiné pour la fonderie. Sur le marché mondial, les sables siliceux ne dépassent pas 25 Euros/t sortie carrière, alors que le quartz ultra-pur peut valoir 30 Euros/Kg. Les produits dérivés ont une forte valeur ajoutée : silicium métal 850 à 1200 Euros/t, carbure de silicium 1300 à 1700 Euros/t, silice précipitée 1200 Euros/t, colloïdale 3000 à 7500 Euros/t.

3. Les produits de verre : Exigences technologiques

Bien que des normes d'utilisation des argiles dans les divers secteurs de la céramique existent et peuvent varier d'un pays à un autre, les exigences technologiques reposent souvent sur la granulométrie, la composition chimique et/ou minéralogique.

3.1. Granulométrie des produits verrières

L'étude granulométrique dans le secteur de verre est d'une importance capitale car c'est d'elle que dépendent grandement les caractéristiques des produits finis qui en dérivent.

La taille des particules de sable est d'une importance capitale dans l'industrie du verre, la distribution granulométrique est simplement contrôlée par tamisage des fractions grossières et fines. Les minerais de sable peuvent être classés les particules en trois dimensions du point de vue de leur utilisation dans le secteur de la verrerie :

- Les particules > 600 µm sont des grosses particules, elles ne sont pas adaptées pour la fabrication du verre.

- Les particules de dimensions variant entre 106 et 600 μm , la dimension à laquelle il faut broyer le tout-venant pour obtenir une séparation entre les minéraux porteurs des différents éléments chimiques.

- Les particules $< 106 \mu\text{m}$ sont rejetées par tamisage. Car, elles représentent des impuretés d'oxyde fer et d'argile. Donc la fabrication du verre est le désiré à la couper - 600 +125 μm .

Dans un même sujets, (Huntley and Snow, 1986) ont remarqué que la granulométrie des matières premières (sables ou grès) pour la fabrication des différents catégories de verre est évidemment un paramètre important puisque nombreux sont ceux qui prétendent que les fines $< 100 \mu\text{m}$ posent un problème d'envolement au four de fusion tandis que les particules trop grossières $> 600 \mu\text{m}$ n'ont pas le temps d'y fondre.

3.2. Composition chimique et minéralogique du sable

La composition chimique du sable varie d'un endroit à l'autre selon la nature des roches, cette composition variera en fonction de la qualité de verre. Pour le verre clair, la teneur en silice dans la plupart des temps devrait dépasser 99 %, une haute teneur en silice est à très importante pour la fabrication de verre de qualité.

Les impuretés d'oxyde de fer entraineront un verre teinté ou opaque, l'oxyde de titane teint le verre. L'alumine permet une plus grande stabilité chimique et un plus faible coefficient de dilatation, tandis qu'une teneur élevée d'alumine dans le sable augmente la viscosité du verre et diminue aussi la transparence. La teneur en fer sous la forme Fe_2O_3 doit être uniforme et moins que 0,03 %, alors que l'alumine doit être à un maximum de 0,1 % et l'oxyde de titane à un maximum de 0,05 %.

4. Matière première : préparation et enrichissement des grès

Afin d'assurer une alimentation selon les exigences des utilisateurs, une préparation des échantillons à une granulométrie requise pour une utilisation ultérieure, divers procédés d'enrichissement de sable pour améliorer sa teneur en silice et réduire toutes les impuretés.

Les techniques de séparation font appel, en général, aux différences de propriétés physiques entre les éléments valorisables du minerai et la gangue. Parmi ces techniques on peut citer la gravimétrie, le magnétisme, la flottation et actuellement l'attaque chimique c'est la principale technique pour éliminée la plus grande partie possible d'oxyde de fer. Afin de séparer, il est nécessaire, au préalable, de concasser puis de broyer le minerai afin d'atteindre « la dimension de libération » des éléments valorisables, souvent de quelques centaines de μm . Lors de ces traitements l'élément métallique valorisé reste, le plus souvent, sous la forme chimique qu'il possédait dans le minerai.

4.1. Préparation mécanique des grès (sable siliceux)

Le but essentiel de ces procédés consiste à préparer les minerais à l'enrichissement: premièrement, au point de vue de la grosseur, car chaque appareil ou chaque machine d'enrichissement peut traiter des matériaux bien définis d'après la dimension, deuxièmement, au point de vue de la libération des grains des minéraux utiles et inutiles constituant le minerai.

- **Concassage** : Le concassage comprend un enchaînement d'opérations qui délivrent des particules de dimensions inférieures au centimètre. Il consiste à réduire les dimensions de grès jusqu'à une granulométrie de l'ordre de quelques centimètres.

Un premier concassage grossier du grès friables peut être effectué par des rouleaux de concassage à grosses dents, ou par des grands concasseurs à mâchoires qui servent également à fragmenter les matières premières très dures utilisées dans la fabrication des verres.

- **Broyage** : c'est un stade de préparation mécanique du minerai, où il convient de libérer la silice de l'impureté (d'environ 600 μm). Il peut se faire par voie sèche ou voie humide et est généralement suivie par une opération de classement visant, soit à obtenir un simple calibrage de la matière fragmentée, soit à soustraire à la fragmentation les grains de dimensions requises pour les opérations d'enrichissement ultérieures.

-**Criblage** : Triage mécanique du sable par dimension des grains, qui s'effectue par présentation de ces grains sur des surfaces perforées qui laissent

passer des grains de dimensions inférieures, et retiennent ceux de dimensions supérieures.

4.2. Procédés d'enrichissement de sable siliceux

Dans la plupart des cas, la qualité du minerai doit être améliorée par l'élimination de quelques impuretés, l'enrichissement des minerais recouvre toutes les opérations simples ou complexes que peut subir une silice pour devenir un produit commercialisable et utilisable dans diverses industries. Plusieurs méthodes de séparation ont été développées pour l'enrichissement de sable siliceux peuvent être utilisées seules ou en combinaison, ces méthodes sont basées sur les propriétés physiques et chimiques des minéraux, en particulier, la taille des particules, la différence de densité, de susceptibilité magnétique et des différences de tension superficielle.

L'application des différentes propriétés physique ou physico-chimique exige certaines conditions particulières à chacune. Les méthodes de séparation minéralurgique se divisent en quatre grandes classes selon le principe de fonctionnement et les conditions d'utilisation (tableau 4).

Tableau 4. Conditions d'application des méthodes minéralurgiques (Gosselin et al., 1999)

Type minéralurgique	Concentration gravimétrique	Flottation	Séparation magnétique	Séparation électrostatique
taille des particules	> 1 μm	> 5 μm	> 75 μm	60 à 500 μm
degré de libération	élevé	moyen	moyen	élevé
Différence de masse volumique entre les minéraux	> 1	*	*	*
Propriétés des surfaces des particules	*	élevée	*	*
Propriétés magnétiques des minéraux	*	*	élevée	*
Différence de conductivité électrique entre les minéraux	*	*	*	élevée

* Propriété non applicable

Carr (1994), Al-Harbi et al (1995) ont été remarqué que l'utilisation de la séparation par flottation ou concentration gravimétrique par table à secousses seul pour l'enrichissement des sables pauvres ne sont pas efficaces dans la production de silice adaptée pour la fabrication du verre de meilleure qualité. Plusieurs combinaisons d'outils de séparation ont conduit à l'élaboration et à l'optimisation d'un procédé de traitement, (Matis, 1995, Wills, 1988), observent que les meilleures méthodes du traitement afin d'obtenir de sable qualité ont été appliqués la séparation gravimétrique par table à secousse ou bien la flottation suivie par une séparation magnétique.

Lorsque l'applicabilité des méthodes physiques et physico-chimiques n'est pas efficace pour l'élimination des impuretés liées chimiquement ou physiquement qui ne sont pas suffisamment libérés dans la structure minérale, d'autres procédés sont alors utilisés efficacement pour éliminer l'oxyde de fer et il s'agit du traitement chimique (Zhang et al., 2012, Akçıl et al., 2007) ou biologique (Styriakova et al., 2012), toutefois ces derniers ont un usage plutôt restreint à l'échelle industrielle en raison de leurs coûts élevés et aussi leurs risques environnementaux (Hacifazlioglu, 2014), mais elle est souvent utilisée lorsque les séparations par voie physique se sont avérées inefficaces.

5. Séparation par voie physique

La recherche d'un procédé de traitement des grès s'articule autour des technologies de séparations mécaniques basées sur les propriétés physiques de la matière (forme, couleur, diamètre des grains,...).

Ce choix est encouragé par les considérations suivantes : Les particules contenues dans les grès possèdent des propriétés physiques très distinctes (susceptibilités magnétiques, conductivités électriques, masses volumiques, tailles, ect).

5.1. Attrition de sable siliceux

L'attrition est la méthode d'enrichissement la plus courante et économique pour l'enrichissement de sable. Dans ce procédé, le nettoyage des grains de quartz pour éliminer les pellicules des oxydes de fer et des argiles par

une combinaison de procédés physique a été démontré (Sundararajan et al., 2009).

5.1.2. Paramètres opératoires

La durée de l'attrition, l'énergie de l'attrition ainsi que la vitesse de rotation sont les principaux paramètres que l'on peut modifier lors des essais.

Durée : est un paramètre jouant un rôle majeur sur l'efficacité du procédé d'attrition. Dans certains cas spécifique, l'attrition suffisant pour obtenir une fraction de silice propre (slokape, 2004).

D'un point de vue pratique, Ibrahim et al (2013) ont récemment envisagé le traitement de sable par attrition et son effet de temps. Les résultats obtenus par ce procédé permettent l'élimination de 28% d'oxyde de fer et 46% d'alumine, l'augmentation du temps d'attrition jusqu'à 60 min, ne donne aucune amélioration notable (figure 3).

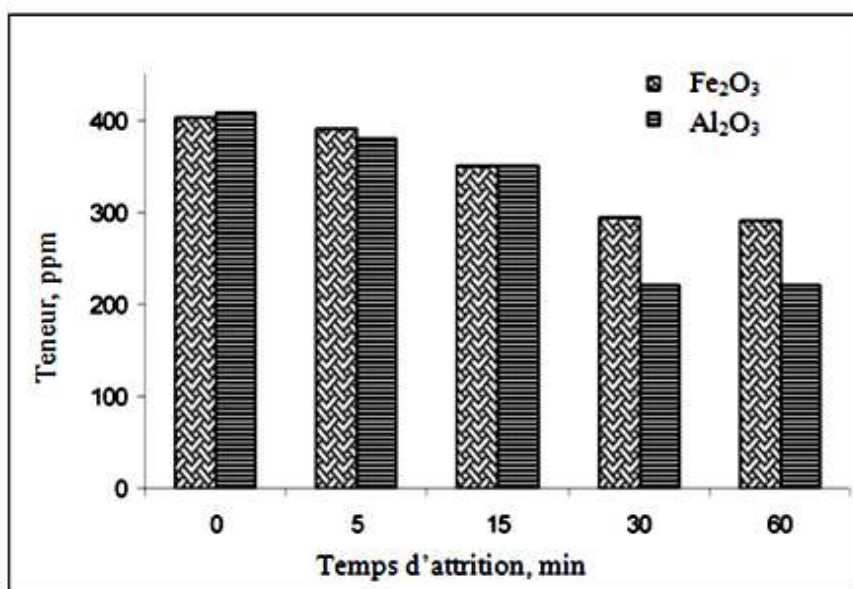


Figure 3. Influence du temps d'attrition sur le rendement d'attrition

D'après Sundararajan et al (2009), les résultats des expériences montrent que l'attrition de sable a été donné une amélioration progressive de la qualité de sable en plus le temps d'attrition avec une diminution de taux de fer et de titane (tableau 5).

Tableau 5. Influence du temps d'attrition sur la libération et élimination d'impuretés

Le temps d'attrition / min	(%) Fraction non magnétique	Fe ₂ O ₃ (%)	TiO ₂ (%)
5	95,1	0,268	0,392
10	96,9	0,170	0,320
15	96,9	0,168	0,316
20	97	0,168	0,310
30	97,1	0,167	0,309

Vitesse de rotation : est un paramètre opératoire très important. C'est en grande partie ce dernier qui contrôle l'hydrodynamique des particules et les conditions de turbulence. Cependant, ce procédé est généralement inefficace pour éliminer les minéraux lourds; les méthodes de gravité tels que le concentrateur en spirale et table à secousses sont préférés dans l'enlèvement de minéraux lourds.

5.2. Séparation gravimétrique

La séparation gravimétrique est un mode de concentration dans un fluide d'un matériau mettant en œuvre la différence qui existe entre les masses volumiques des minéraux d'une part et des gangues d'autre part. La concentration gravimétrique s'effectue dans un champ de forces de masse, en général celui de la pesanteur, combiné à l'action d'autres forces telles que la résistance offerte par le fluide (en général de l'eau pour la gravimétrie en voie humide) au mouvement des grains à séparer ou les forces de frottement entre ces particules et une surface support fixe ou mobile.

Les clés d'une séparation gravimétrique efficace sont à rechercher dans la connaissance parfaite des paramètres minéralogiques du minerai à traiter (masse volumique des divers constituants, répartition granulométrique des espèces minérales,...).

La taille des particules peut affecter de manière significative sur l'efficacité des séparations par gravité (Fuerstenau and Han, 2003), les

équipements de concentration gravimétrique séparent efficacement les particules dont la taille se situe à l'intérieur d'une gamme restreinte.

Les jigs sont généralement utilisés pour traiter le sable grossier (800 à 2000 μm), mais il peut séparer efficacement les particules jusqu'à 150 μm (Dermont et al., 2008). La spirale peut traiter des particules dont la taille varie de 75 à 3000 μm (Mercier et al., 2001, wills, 1995), La table à secousse sert à séparer des particules de diamètre de 73 à 3000 μm en se basant sur la différence de densité entre les particules des minéraux.

La séparation par gravité utilise les différences de masse volumiques des particules à séparer. En effet, il est possible d'estimer l'applicabilité d'une telle approche à l'aide de la formule suivante:

$$C_T = \frac{(\rho_L - \rho_f)}{(\rho_l - \rho_f)} \quad (1)$$

Où

C_T : Critère de Taggart.

ρ_L : représente la masse volumique de la phase solide lourde,

ρ_l : la masse volumique de la phase solide légère et,

ρ_f : la masse volumique du fluide.

Les équipements de concentration gravimétrique sont divisés en quatre groupes selon les mécanismes de séparation impliqués:

- Milieu dense : cette méthode met seulement en jeu la force de gravité des particules. On utilise pour cela un milieu organique en laboratoire ou une suspension aqueuse et dense d'un matériau fin à l'échelle industrielle.

- pulsation stratification (accélération différentielle) : elle est basée sur les sédimentations différentielles entre les particules lourds et légers provoqué par le mouvement périodique. On utilise pour cela des bacs à piston.

- nappe pelliculaire fluente : il s'agit d'une nappe d'eau de faible épaisseur (quelques mm à quelques cm) s'écoulant sur un plan incliné. Les particules, suivant leur vitesse de chute et leur résistance au mouvement, se séparent en plusieurs catégories densimétriques. On utilise pour cela des spirales.

- L'action de secousses horizontales combinée à l'action de la nappe pelliculaire fluente contribue aussi à obtenir la stratification désirée. On utilise pour cela les tables à secousses.

5.3. Séparation gravimétrique de sable siliceux

Les spirales sont des appareils simples, faible consommation d'énergie, et efficacité du procédé pour la production de sable haute qualité utilisé à la fabrication du verre (Sivamohan and Forssberg, 1985).

D'après Venkatraman et al (2000) les résultats obtenus, à partir de la séparation gravimétrique des sables sont significatifs, l'analyse chimique montre que la teneur en SiO₂ dans le produit est élevée (99,6 %) et les valeurs en TiO₂, Al₂O₃ et Fe₂O₃ sont bien en-deçà des spécifications du produit.

AL-Maghrabi (2004) a réalisé des essais par la combinaison entre la séparation gravimétrique par table à secousses et la séparation magnétique. Les meilleurs résultats ont été obtenus à la suite d'une variation du débit d'eau et l'inclinaison de la table de 1.2°.

Tableau 6. Résultats de séparation par table à secousse suivit par une séparation magnétique

Description	Débit d'eau (l/min)	Inclinaison (°)	SiO ₂ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)
1 ^{ere} Operation	0,5	1,2	98,5	0,07
2 ^{eme} Operation	1,0	1,2	95,45	0,25
3 ^{eme} Operation	1,5	1,2	98,9	0,05
4 ^{eme} Operation	2,0	1,2	96,25	0,3

D'autres méthodes de séparation physique comprennent des procédés de séparation magnétique et électrostatique qui sont basées sur la différence de la susceptibilité magnétique et la conductivité électrique de particules, respectivement.

5.4. Séparation magnétique

La séparation magnétique est un procédé qui utilise la force engendrée par un système magnétique pour séparer les particules présentant des

propriétés magnétiques différentes (Gill, 1991). Ce type de séparation consiste à soumettre les minéraux à l'action d'un champ magnétique. Les différences de susceptibilité magnétique, entre les espèces minérales, sont alors les principaux critères qui permettent d'effectuer le fractionnement.

Les techniques de séparation magnétique consistent à soumettre des particules de minerais à des forces magnétiques et mécaniques développées par le séparateur. Suivant la différence des propriétés magnétiques, les trajectoires des particules résultent avant tout de l'interaction des forces mécaniques et des forces magnétiques.

Les performances de la séparation magnétique dépendent fortement des propriétés physiques des particules à séparer (taille et nature magnétique), la qualité de champ magnétique appliqué et la différence de susceptibilité magnétique entre les particules séparées.

Deux entités différentes peuvent être utilisées pour décrire une excitation magnétique : le champ magnétique « \vec{H} » et l'induction magnétique « \vec{B} ». Dans le vide, ces deux entités sont liées par :

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} \quad (2)$$

La séparation magnétique d'une particule magnétisable s'effectue dans un espace de champ magnétique non homogène, dépend de leur mouvement en réponse à l'interaction de 4 forces différentes (Svoboda and Fujita, 2003).

La force magnétique sur une particule placée dans un champ magnétique est donnée par la relation

$$\vec{F}_m = \frac{1}{2} u_0 V_p \left[\frac{K_p}{1+DK_p} - K_f \right] \nabla \vec{H}^2 \quad (3)$$

Parmi les forces concurrentes appliquées, on distingue (Nakai et al., 2011)

La force de gravité

$$\vec{F}_g = V_p (\rho_p - \rho_f) \vec{g} \quad (4)$$

La force centrifuge

$$\vec{F}_c = \rho_p V_p \omega^2 R \quad (5)$$

La force d'entraînement par le fluide

$$\vec{F}_t = 6\pi\mu R_p (\vec{v}_f - \vec{v}_p) \quad (6)$$

k_p est la susceptibilité magnétique d'une particule, μ_0 est la perméabilité magnétique du vide, V_p est le volume de la particule, D est le coefficient de démagnétisation des particules, $\nabla \vec{H}$ gradient du champ magnétique, ρ_p et ρ_f représentent respectivement la masse volumique de la particule et du fluide, « g » est la constante gravitationnelle, ω désigne la vitesse angulaire de rotation du tambour, μ est la viscosité dynamique du fluide, R rayon du tambour rotatif, v_p et v_f sont utilisés respectivement de déplacement de la particule et du fluide tandis que R_p est le rayon de la particule.

D'une manière générale, il faut que, pour une fraction minéralogique du minerai, les forces magnétiques soient nettement supérieures aux forces mécaniques s'exerçant sur les particules appartenant à cette fraction pour espérer leur extraction, soit :

$$\vec{F}_m > \vec{F}_g + \vec{F}_c + \vec{F}_f \quad (7)$$

$$\frac{1}{2} \mu_0 V_p \left[\frac{K_p}{1+DK_p} - K_f \right] \nabla \vec{H}^2 > V_p (\rho_p - \rho_f) \vec{g} + \rho_p V_p \omega^2 R + 6\pi\mu R_p (\vec{v}_f - \vec{v}_p) \quad (8)$$

Hypothèse 1 : Chacune des particules possède une forme sphérique avec un volume :

$$V_p = \frac{4}{3} \pi R_p^3 \quad (9)$$

Hypothèse 2 : Lors d'une séparation en voie sèche, pour tous les minéraux, la force d'entraînement par le fluide est négligeable par rapport aux autres.

5.4.1. Les propriétés magnétiques:

a- Susceptibilité magnétique:

Les substances magnétiques sont les milieux susceptibles de s'aimanter dans un champ magnétique, c'est-à-dire de créer un champ magnétique propre. D'après leurs propriétés magnétiques, les minéraux en général répartissent en trois groupes : les diamagnétiques, les paramagnétiques ou les ferromagnétiques.

L'aimantation M (en Ampère par mètre) est le paramètre qui correspond à la réponse d'un matériau magnétique à un champ magnétique, Pour des

champs magnétiques petits, et en l'absence d'aimantation spontanée, il existe un régime linéaire entre l'aimantation et le champ magnétique, elle est donnée par : H , étant intensité du champ magnétique imposé. (Ampère par mètre).

La constante de proportionnalité c_m est un nombre sans dimension appelé "susceptibilité magnétique spécifique" du matériau. La susceptibilité magnétique est la capacité d'un corps à s'aimanter lorsqu'on lui applique un champ magnétique (H).

b- Les différents comportements magnétiques:

A l'état libre, nous disons qu'un atome est magnétique s'il est porteur d'un moment magnétique permanent représenté par un vecteur de module constant. Toute substance matérielle est formée d'un ensemble d'atomes qui peuvent être soit non magnétiques soit magnétiques. On différencie les principaux types de comportements magnétiques :

Diamagnétisme: Le diamagnétisme est une propriété commune à toutes les substances donc apparaît dans tous les matériaux mais il est masqué par les effets du paramagnétisme ou du ferromagnétisme lorsque ceux ci coexistent dans le matériau.

Due aux déformations des orbitales atomiques sous l'influence d'un champ magnétique. Leur aimantation, induite par champ, est très faible et opposée à ce dernier. La susceptibilité magnétique, pratiquement indépendante du champ et de la température, est négative ($K < 0$) de l'ordre de 10^{-5} . Ce magnétisme trouve son origine dans la modification du mouvement orbital des électrons sous l'effet du champ appliqué. Comme exemples de minéraux diamagnétiques on peut citer la calcite, le quartz ou les feldspaths.

Paramagnétisme: Le paramagnétisme apparaît dans les atomes, les molécules ou les ions contenant des électrons célibataires par exemple : éléments de transition, terres rares.... Il provient des moments magnétiques permanents portés par tout ou partie des atomes. En absence de champ magnétique, ces moments n'interagissent pratiquement pas entre eux et peuvent s'orienter librement dans n'importe quelle direction. Sous l'action d'un champ magnétique, la valeur moyenne de l'orientation des moments est

modifiée et une aimantation induite parallèle au champ apparaît et de même sens. La susceptibilité est positive ($K > 0$) de faible intensité, indépendante du champ extérieur et inversement proportionnelle à la température.

Ferromagnétique: Ce sont des corps solides qui, comme Fe, Ni, Co, sont caractérisés par une susceptibilité magnétique positive très grande, dépendant de la température, du champ H et de l'histoire magnétique, thermique et mécanique de l'échantillon. Ces corps sont fortement attirés dans les zones de champs forts. Ils deviennent paramagnétiques au-delà d'une certaine température.

Le ferromagnétisme n'existe que dans les corps à l'état condensé ; il n'est donc pas une propriété atomique ou moléculaire, comme le diamagnétisme ou le paramagnétisme, mais résulte d'une interaction entre les atomes d'une même structure cristalline. Par suite de cette interaction c'est l'état ordonné avec une orientation parallèle (ferromagnétisme) ou antiparallèle (antiferromagnétisme) des moments magnétiques de spin des atomes voisins dans le réseau qui représente un état stable et énergétiquement avantageux du système d'électrons dans le cristal. Pour ce qui concerne les ferrimagnétiques, se sont des substances de propriétés semblables à celles des corps ferromagnétiques ; leur aimantation est spontanée et elles présentent de l'hystérésis. A l'état ordonné, ces matériaux sont constitués de deux types de dipôles (de moments magnétiques différents) disposés de façon antiparallèle. Il en résulte une aimantation intermédiaire entre les corps ferromagnétiques et antiferromagnétiques.

5.5. Séparation magnétique de sable siliceux

La séparation magnétique consiste à appliquer un champ magnétique sur un grès qui est constitué majoritairement de silice, à un caractère diamagnétique, il est donc faiblement influencé par le champ magnétique. Par contre, les minéraux paramagnétiques sont quant à eux attirés par le champ magnétique; à cet effet la séparation se fait entre composés diamagnétiques et paramagnétiques.

Raghavan et al (2006) ont proposé une séparation magnétique après l'étape de lavage a pour but de diminuer au maximum le pourcentage des impuretés. Des travaux de séparation magnétique réalisés sur les grès (Sundararajan et al., 2009) ont montré qu'une quantité importante d'impuretés sont éliminées au concentré pendant l'étape de séparation magnétique a un champ magnétique de 1.8 Tesla avec l'entrées de courant électrique au maximum de 3,2 Ampère. On remarque que la teneur de SiO_2 ne dépasse pas 98,1 %, bien qu'on veuille amoindrir l'impureté de Fe_2O_3 à 0,09 %.

L'efficacité de la séparation magnétique est fortement liée à la taille des particules et l'effet de magnétisme, une séparation magnétique de sable a été menée sur deux échantillons pour les fractions (- 2,36 + 1,18 mm, - 1,18 + 0,6 mm, -0,6 + 0,3 mm et -0,3 mm). Le traitement de fraction > 0,6 mm n'a pas été efficace, l'élimination de Fe_2O_3 varie entre 12 et 20 %, une augmentation plus de 43 % et bonne teneur de 0,035 % Fe_2O_3 lorsque la taille des particules est < 0,6 mm en raison de leur libération (Chammas et al., 2001). Du point de vue bilan matière, les résultats de séparation magnétique ont révélé la faisabilité de ce procédé pour séparer les particules présentes dans les fractions fines.

Dans Sontakkeyet et al (2010), des essais par attrition ont été menés pour détacher les argiles avec une méthode de traitement par séparation magnétique, ceci a donné moins d'impureté (Fe_2O_3) de 0,04 % dans le concentré de silice (99,02 %), ce qui représente un meilleur rendement de 86,4 %.

6. Séparation par voie physico-chimique (flottation)

6.1. Définition et principe

La flottation est un procédé d'enrichissement des minerais en milieu aqueux. Son principe consiste, après avoir finement broyé un minéral, à séparer les particules en fonction de leur hydrophobicité, les particules hydrophobes étant entraînées vers la surface par les bulles de mousse, le plus souvent grâce à l'intervention des réactifs chimiques connus sous l'appellation des collecteurs, alors que les particules hydrophiles tombent au fond de la cellule de flottation. Donc la flottation basé sur la chimie des surfaces, qui tire avantage des différences de mouillabilité à la surface des particules solides (Leja, 1981).

Les surfaces des particules solides sont souvent naturellement mouillable par l'eau et sont nommées, par conséquent, particules hydrophiles. Une surface qui est non-mouillable repousse l'eau et porte le nom de surface hydrophobe (Wills and Napier-Munn, 2006, Fuerstenau and Han, 2003).

6.2. Réactifs chimiques de flottation

Le rôle du collecteur est d'augmenter le pouvoir hydrophobe de la silice en s'adsorbant sur ce dernier, afin qu'un maximum de silice se place sur les bulles d'air en vue d'une récupération optimale. La concentration en agent moussant contrôle quant à elle la taille des bulles : plus sa concentration augmente, plus la taille des bulles diminue. Le pH permet de contrôler la charge à la surface des particules, ce qui joue un rôle sur leur dispersion. La taille des particules de silice est très susceptible d'influencer les réponses de la flottation. Ces réactifs comportent tous un groupement polaire permettant leur adsorption sélective à la surface des minéraux par création des liaisons physiques ou chimiques.

6.3. Flottation de sable siliceux

Les exigences normatives de l'industrie verrerie, peut être utilisée la séparation par flottation pour l'enrichissement de certains sables malgré les coûts engendrés sont assez élevés, quant à la production de sable d'haute pureté difficile d'obtenir par des techniques traditionnelles (séparation gravimétrique, magnétique). La flottation est un procédé complexe et son efficacité est fortement liée à l'optimisation des différents paramètres tels que le choix du type de collecteur, le pH de la pulpe, la densité de la pulpe, la vitesse du rotor, le débit d'air. Néanmoins, Vieira et al (2007) ont montré que la taille des particules, y compris dans une plage très étroite, est très importante pour obtenir les meilleurs résultats de flottation de quartz. La granulométrie, en fonction de la maille de libération, étant généralement comprise entre 38 et 500 μm ; les particules à concentrer sont amenées à la surface du liquide par des bulles d'air, de trop fines particules ne permettraient pas l'obtention d'une forte récupération car elles seraient drainées trop rapidement entre les bulles pour être perdues dans le rejet (Deniz et al., 2011). Il en serait de même pour des

particules trop grossières qui ne pourraient rester accrochées à la surface des bulles à cause de leur taille trop importante (AL-Maghrabi, 2004).

Le sable siliceux à l'état de très fines particules peuvent aussi être séparés par la méthode de flottation. Au début des expériences, une étape de déschlammage à été effectuée par lavage de quartz avec de l'eau sur un tamis de 38 μm pour éliminer la quantité nécessaire d'impuretés argileuse. Des essais, par flottation inverse des impuretés de fer tout en déprimant la silice, montrent que la teneur en fer est de l'ordre de 0,05 % soit 98,8 % SiO_2 avec une récupération de 68,35 %. Un autre schéma de séparation magnétique - flottation dans un milieu acide, on obtient 0,01 % Fe_2O_3 et une teneur significative de 99,3 % en SiO_2 avec une récupération optimale de 84,75 % (Deniz et al., 2011).

Selon la littérature scientifique, la flottation d'un échantillon de sable a été soumis par une flottation en utilisant des sulfonates afin d'obtenir un concentré de sable qui titre 0,11 % Fe_2O_3 avec une récupération de 68 % de silice (Önal et al., 2002). D'autres études ont également montré que l'utilisation de réactifs de type sulfonate à un $\text{pH} = 3$ offre 99,5 % SiO_2 avec 86 % de récupération et la teneur en Fe_2O_3 a été réduite à 0,056 % après avoir enlevé la fraction au-dessous de 106 μm en tant que boue (Bayat et al., 2001). Par contre AL-Maghrabi, (2004) a été utilisé du sulfonate de pétrole pour la flottation inverse de silice par addition d'acide sulfurique à une valeur du pH comprise entre 3 et 4, les résultats d'essais révèlent une amélioration en teneur de la silice de 81,4 à 94 %.

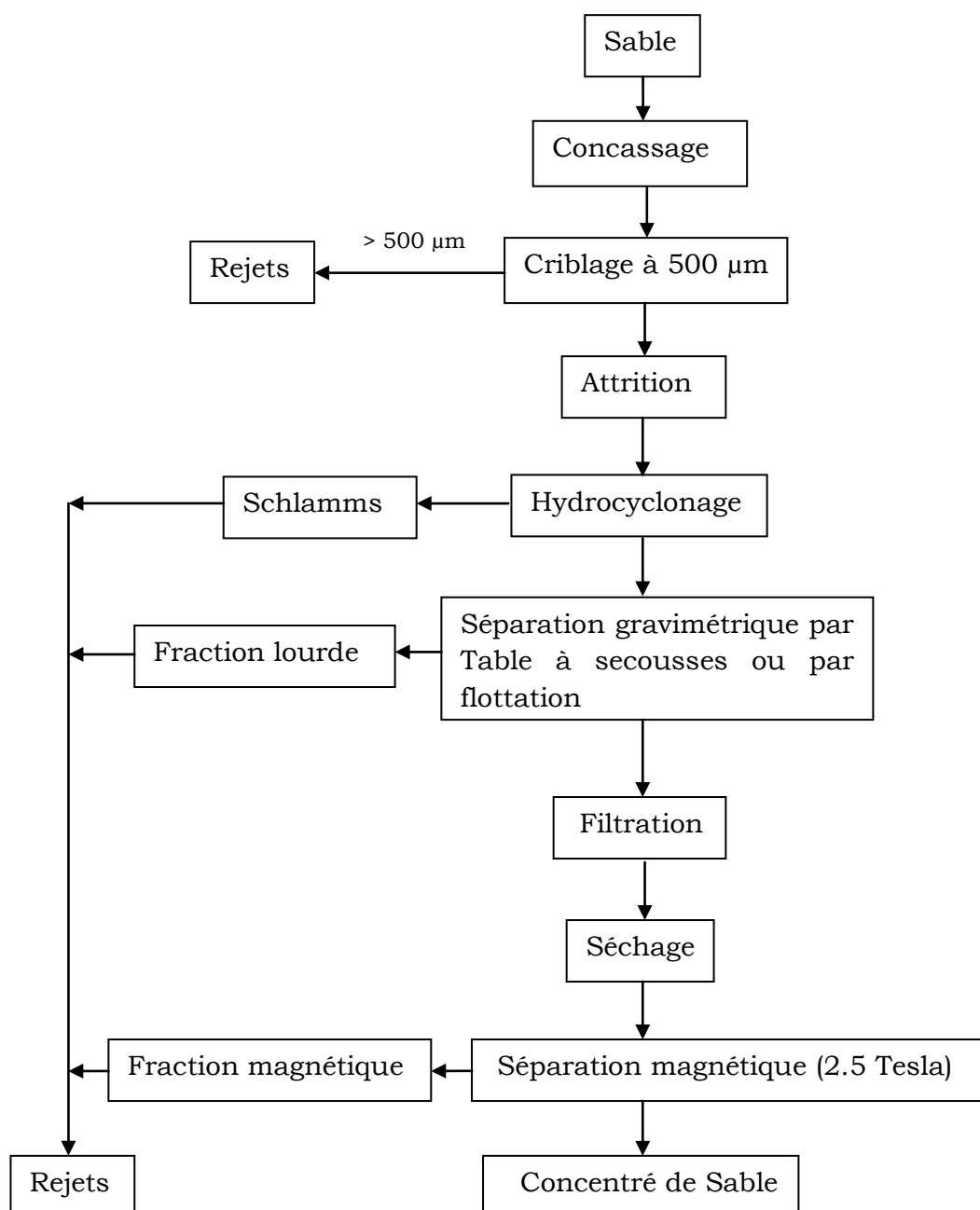


Figure 4. Schéma de traitement du sable de grès Jeddah (AL-Maghrabi, 2004)

Mowla et al (2008) ont effectué des essais par flottation de l'hématite à partir du sable sur des fractions (150 - 840 µm) dans une cellule de flottation Denver avec différents paramètres de fonctionnement. L'effet du pH sur l'efficacité d'élimination d'oxyde de fer lors de l'utilisation de l'acide sulfurique (figure 5), un meilleur résultat est obtenu pour un pH de 2,5.

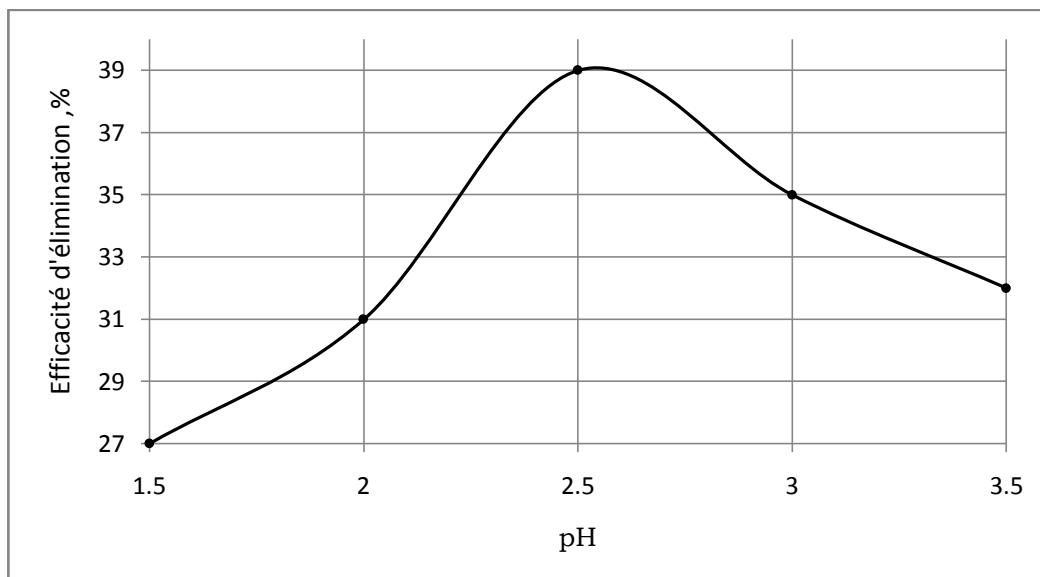


Figure 5. Effet du pH (H_2SO_4) sur l'efficacité de l'élimination de l'hématite

Le dosage de collecteur a été pratiqué par (Mowla et al., 2008), ils ont remarqué que l'addition de 1.5g / kg d'Aero-800 augmente considérablement l'élimination d'oxyde de fer. Cependant, aucune amélioration remarquable sur l'efficacité de l'élimination à une quantité de 2 g / kg. L'effet de la quantité de la proportion collecteur-quartz poids sur la capacité d'extraction est présenté dans la figure 6.

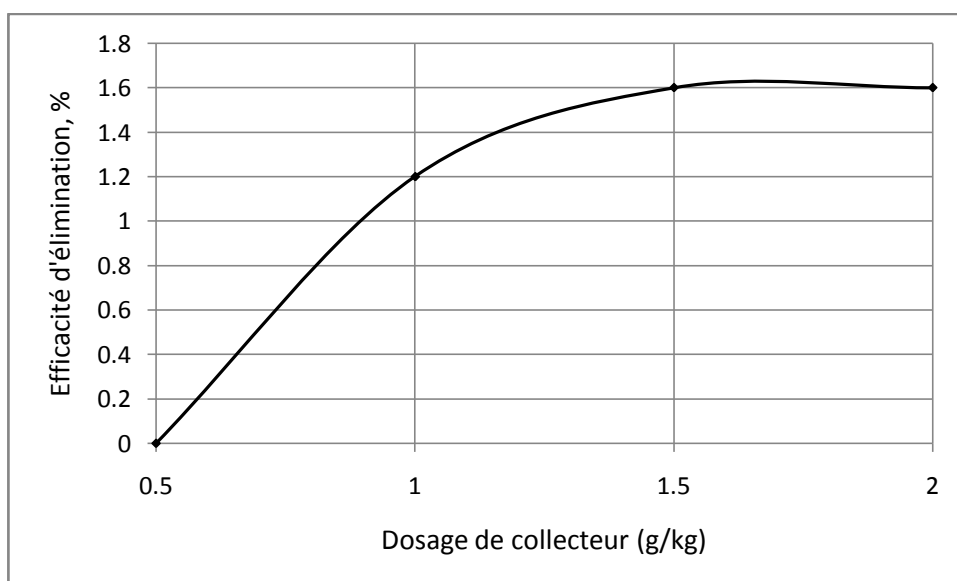


Figure 6. Effet de la quantité de collecteur (série Aero-800) sur l'efficacité de l'élimination de l'hématite

7. Séparation par voie chimique (lixiviation)

L'essai de lixiviation est défini par la norme française NF X-31-210 (1992) comme étant l'extraction liquide-solide, dans des conditions définies, d'un échantillon solide par une solution aqueuse. Le terme « lixiviat », selon cette même norme, désigne la solution contenant les éléments solubilisés au cours de l'essai, sur laquelle sont effectuées les caractérisations analytiques. Le « lixiviant », lui, constitue le milieu chimique agressif de l'essai de lixiviation.

7. 1. Essais de lixiviation: conditions et paramètres

Il existe différentes méthodes de séparation pour le traitement de sable siliceux, La voie chimique par lixiviation, qui a été présentée précédemment, consiste à mettre en contact le matériau solide avec un solvant liquide pour dissoudre sélectivement quelques composés du solide dans la phase liquide. L'oxydes de fer étant insoluble dans l'eau (Schwertmann, 1991), mais la solubilité de l'oxyde de fer peut être augmentée en jouant sur le pH avec des acides et des réactifs réducteurs (Alvarez et al., 2006).

En fonction d'impureté à dissoudre et du solide à traiter, différentes solutions de lixiviation peuvent être employées, les plus courantes pour le traitement des sables sont : l'acide chlorhydrique (Patermarakis and Paspaliaris, 1989, Lanyon et al., 1999), l'acide sulfurique (Veglio et al., 1998), l'acide oxalique (Arslan and Bayat, 2009, Tarasova et al., 2001) .

Une autre approche; utilisé une colonne lixiviation à lit fixe pour traiter le sable italien dans un milieu acide avec un agent réducteur (acide oxalique). Ce traitement a réduit la teneur en Fe_2O_3 de 0,03 %, dans les sables premières à 0,0163 % (Ubal dini et al., 1996).

Afin de choisir le ou les essais les plus pertinents pour répondre à la problématique, nous présentons d'abord les principaux essais de lixiviation couramment utilisés. Puis, nous proposons un essai de lixiviation pouvant être appliqué pour le traitement des grès d'El-Aouana.

L'application des essais de lixiviation s'est développée rapidement dans l'industrie minière pour dissoudre les impuretés ferrières et en particulier

l'hématite. Ces principes sont d'abord étudiés dans un contexte de traitement conventionnel et porte sur les produits chimiques utilisés ainsi que sur les paramètres pouvant affecter les mécanismes réactionnels en jeu. Avant de rechercher la cinétique appropriée de l'élimination du fer de sable, nous avons examiné les effets de certains paramètres importants sur l'efficacité de lessivage tels que la température, du pH, la durée de lixiviation, et le rapport solide/liquide.

7.1.1. Le pH du milieu

Le pH joue un rôle important dans le processus de lixiviation, les tests d'influence du pH en conditions expérimentales permettent la solubilisation du fer et semble efficace quand le pH est inférieur à 4, la récupération est significative.

7.1.2. Rapport solide /liquide ou dilution

Le ratio solide /liquide est un paramètre important du procédé puisqu'il conditionne, pour un réacteur de volume donné, le débit admissible de sable à traiter, ou le débit de la solution dans une configuration de lixiviation. Le rapport solide /liquide (en masse ou volume) doit éviter à la fois une saturation trop rapide de la solution et une trop grande dilution qui empêcherait l'analyse des solutions (Tuncuk and Akcil, 2014). La plupart des essais utilise un rapport de ratio S/L de 10.

7.1.3. Température du milieu

Le paramètre température joue un rôle très important dans la solubilité de fer. En ce qui concerne le mode opératoire, la lixiviation se déroule en batch, à température ambiante, avec un rapport solide/liquide suffisamment faible pour que la solubilisation soit totale et que le solide soit totalement dispersé et sous agitation afin d'accélérer le processus.

Les effets de la température sur l'extraction des impuretés de fer ont été étudiés dans le domaine de température de 45 à 90 °C et sont représenté par la figure 7. Les pourcentages de lixiviation du fer à partir du sable de quartz toujours augmenté lorsque la température augmente (Huang et al., 2013) ce qui

implique que la température plus élevée à une forte influence sur le rendement de lixiviation. Surtout, à la température la plus élevée de 90 °C, les pourcentages de lixiviation remarquablement augmenté par rapport à ceux à faible plage de température de 45-75 °C. Bien que les explications habituelles pour des rendements supérieurs à la température plus élevée soient dues à l'augmentation de la réaction et de diffusion des taux de réactifs et des produits, l'augmentation spectaculaire du pourcentage de lixiviation à partir de 20,69 à 37 % aux températures de 75 et 90 °C en reste encore une surprise, par rapport à 20,69 % de 13,52 % à des températures de 45 à 75 °C.

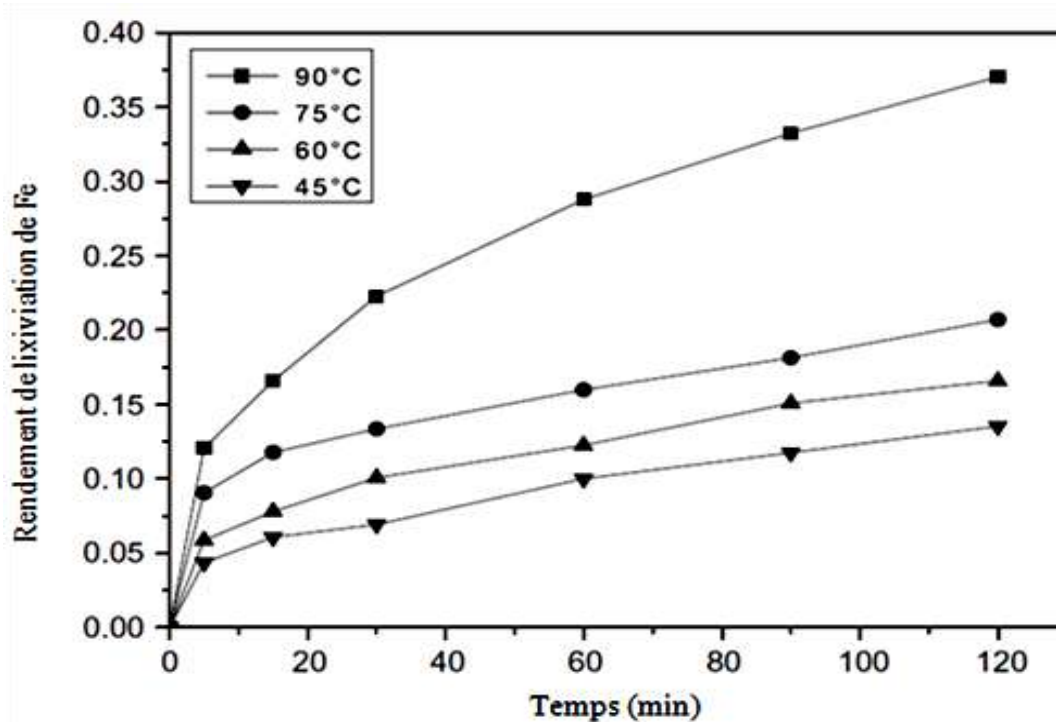


Figure 7. Effet de la température sur le rendement de lixiviation du fer à partir de sable de silice

7.1.4. Durée de l'essai (temps de séjour)

La durée d'un essai varie de quelques heures à quelques jours, parfois à quelques semaines pour les essais de lixiviation. Cette durée dépendra des débits utilisés et de la quantité d'acide que l'on souhaite faire circuler au travers de la colonne. La durée d'un essai est difficile à estimer et dépendra bien sur de l'ensemble des paramètres susceptibles d'intervenir dans le processus de dissolution.

7.2. Lixiviation de sable siliceux

Une technique de traitement par lixiviation appliquée sur des échantillons de sable algérienne afin d'obtenir une silice destinée pour la fabrication des photovoltaïques. Kheloufi (2009) ont effectué le traitement de sable par l'acide fluorure (HF) comme agent de lixiviation avec d'autre acide chlorhydrique pour réduire la durée des essais. Les résultats obtenus montrent que l'utilisation d'HF et HCl est un des solvants efficace permettant l'élimination des impuretés du fer contenu dans le sable. On retrouve classiquement dans la littérature, la dissolution par des acides seuls ou en mélange.

Selon le but recherche, (Santos et al., 1990) ont étudié la purification de silice par lixiviation, en fonction de la taille des particules, le temps, la température et la concentration de l'agent de lixiviation (HNO_3 , H_2SO_4 , HCl et HF), Ils ont constaté pour la lixiviation par HCl 16 % pendant 5 heures à une température de 80 °C sur la granulométrie moyenne de 116 μm , il était possible d'éliminer environ 85 % des impuretés et obtenir la purification à 99,9 % de Silice après la lixiviation avec de l'HF de 2,5 % dans la temps de 2 heures avec une température de 80 °C).

Zhang et al (2012) ont récemment présenté un procédé de traitement de sable par un acide phosphorique. Les résultats obtenus montrent que H_3PO_4 est un bon agent pour l'élimination des impuretés contenues dans le sable jusqu'à 77,1 % d'efficacité par rapport aux autres méthodes comparables qui utilisent des acides forts industriels tels que l'acide sulfurique (H_2SO_4), l'acide chlorhydrique (HCl), et même l'acide fluorhydrique (HF).

Très récemment, l'efficacité d'élimination d'oxyde de fer par différents acides (H_2SO_4 , HCl, H_3PO_4 , HClO_4 , et NTA) a également été comparée dans le cas d'un traitement par lixiviation (Tuncuk and Akcil, 2014). Dans les conditions expérimentales actuelles, la température ont un effet significatif sur l'élimination du fer. Des essais ont été effectués à une température de 90 °C avec un temps constant est 120 min, les maximales éliminations de fer de 86,6 % (11,8 ppm) ont été obtenues avec une concentration en acide sulfurique dans le rapport solide/liquide de 10 %. En conséquence, les résultats obtenus

montrent que l' HCl est un acide efficace pour l'élimination des impuretés de fer dans la matière première peut atteindre 86,5 % (11,9 ppm) dans les mêmes conditions avec 20 % d'un rapport S/L. par contre l'élimination de Fe₂O₃ par l'utilisation d'acide H₃PO₄ ou l'acide HClO₄ dans les mêmes conditions de traitement, montrent des résultats qui n'est pas satisfaisantes.

Des essais de lixiviation par acide sulfurique menés à une température ambiante sur le sable brut contenant plus de 420 ppm de fer. L'étude de l'influence de divers paramètres tels que la concentration en acide sur le processus de dissolution de l'oxyde de fer à été réalisée par (Banza et al., 2006), ont montré que le taux de dissolution du fer après 30 jours de la lixiviation la diminution de la teneur en fer dans le sable n'est pas significative de 245 ppm , on observe à un pH de 4 pour la même durée avec une variation de pH 2 et 3 que la diminution de fer reste au même niveau. Mais lorsque le pH est en outre abaissé à 1, l'élimination du fer amélioration correspondante, jusqu'à 154 ppm.

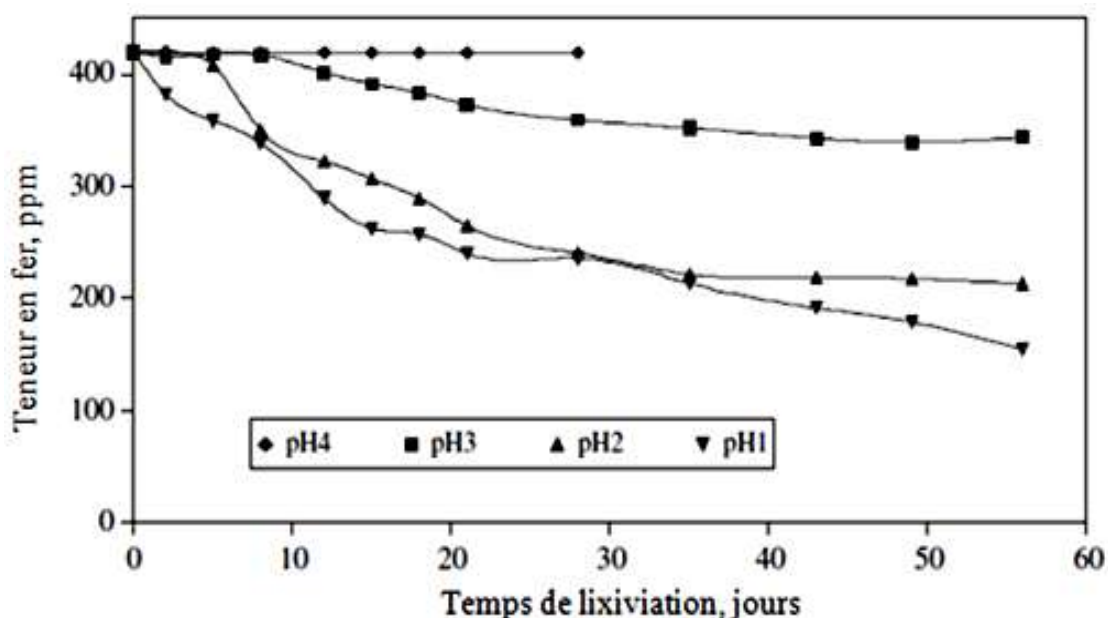


Figure 8. Elimination du fer à partir du sable de Hohenbocka pendant la lixiviation par percolation avec de l'acide sulfurique à un pH différent (taux d'écoulement de la solution de lixiviation: 10 ml / min, température ambiante: 22 à 25 °C)

Selon Banza et al (2006), après deux jours de lixiviation par une concentration de 25 g/l de l'acide sulfurique suivi par l'attrition dans une solution de NaOH et la séparation par gravité. La concentration du fer dans le concentré obtenu est de 84 ppm.

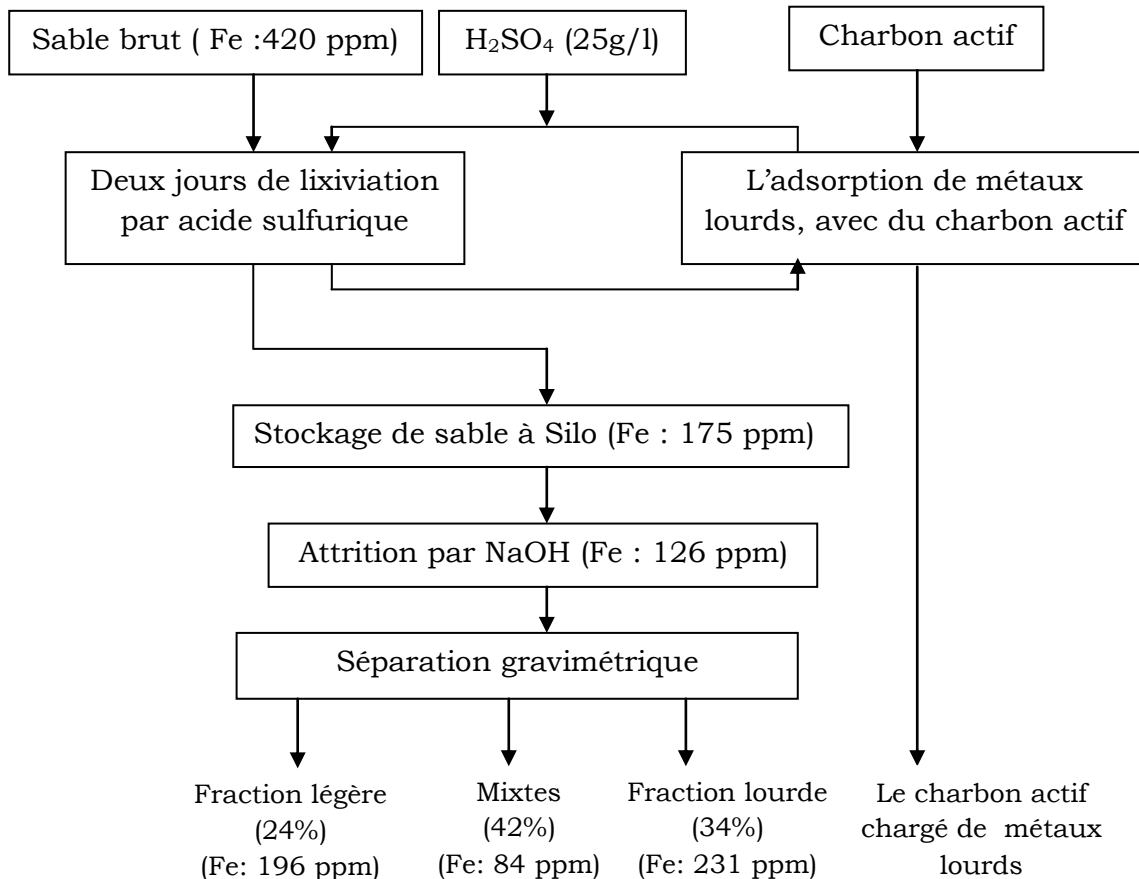


Figure 9. Schéma proposé pour le traitement de sable de quartz de Hohenbock (Germany)

8. Traitements biologiques (biolixiviation)

La biolixiviation à pratiquement le même principe que la lixiviation chimique, sauf que l'acidité du milieu est générée par les microorganismes. La capacité microbiologique de dissoudre ou de lixivier les métaux est basée sur trois principes : les réactions d'oxydoréduction (résultant d'une activité enzymatique), la formation d'acides organiques et inorganiques ainsi que l'excrétion d'agents complexants (Ishigaki et al., 2005). Les réactions d'oxydo-réduction se déroulent directement entre les microorganismes et les métaux s'il y a un contact physique ou se produisent via un agent oxydé par les

microorganismes qui peut alors agir comme oxydant (par exemple, Fe^{3+}) (Krebs et al., 1997).

Les méthodes biologiques ont été utilisées pour la lixiviation d'oxyde de fer à partir de minerais au moyen de micro-organismes, par conséquent différentes bactéries et des champignons hétérotrophes sont capables de dissoudre le fer à partir de minerais d'oxyde (Berthelin et al., 1974).

Cependant, les temps de réaction sont assez longs (quelques jours), certains travaux poursuivent l'adaptation d'une souche bactérienne qui favorisera la solubilisation de fer dans le sable. L'un des principaux micro-organismes impliqués dans le traitement biologique capables de dissoudre le fer à 24 °C en 63 jours (Styriakova et al., 2012).

Le processus de biolixiviation combiné avec séparation électromagnétique a été appliqué pour améliorer la qualité de sable feldspath brut. Comme destruction bactérienne de silicates est nécessaire pour libérer les espaces inter-granulaires de grains de silicate, le procédé de combinaison a diminué la teneur en fer de 69 % jusqu'à 74 % (Iveta et al., 2005).

La biolixiviation avec *Bacillus* spp combiné par la séparation électromagnétique diminuée 60 % de la teneur de fer de sable du gisement Šaštín (Slovaquie). Ainsi, le fer contenu dans le sable a diminué de 0,135% à 0,02 % de Fe_2O_3 (Iveta et al., 2007) .

En outre, un autre travail avait utilisé bio-lessivage par la moisissure *Aspergillus Niger*, ainsi que d'une combinaison d'étapes de processus multiples, à partir de dépistage par séparation magnétique et biolixiviation comme étape finale. Cette méthode élimine environ 83,33 % de la teneur en oxyde de fer, ce qui signifie que la teneur en Fe_2O_3 est diminuée de 0,06 % à 0,01 %. Alors, le processus de combinaison, ce qui constitue un traitement préalable des sables; suivie d'une séparation magnétique et la biolixiviation en tant que traitement secondaire, éliminer 91,66 % de la teneur en oxyde de fer. La concentration de Fe_2O_3 diminué à 0,005 % (Mustafa., 2008).

9. Généralités sur le verre

9.1. Histoire du verre

Le verre existe naturellement depuis plusieurs centaines de milliers d'années. L'Homme l'utilisa pour la première fois il y a 100 000 ans sous forme d'obsidienne (verre naturel d'origine éruptive) pour fabriquer des outils, des armes coupantes et des bijoux. Au cours des siècles, les hommes ont appris à connaître ce matériau.

Le verre est un des matériaux synthétiques les plus anciens utilisés par l'homme et la connaissance sur le travail et l'utilisation du verre a été acquise pendant plusieurs siècles. L'étude scientifique des verres a commencé au début du 19^{ème} siècle et se développe rapidement à l'heure actuelle, soit en ce qui concerne la synthèse de nouveaux matériaux avec des propriétés spécifiques soit pour l'application de nouvelles techniques aptes à améliorer notre compréhension de la structure du verre.

9.2. Définition du verre

Dans le langage scientifique, on désigne par le mot « verre » un solide non cristallin obtenu par figeage d'un liquide surfondu. Dans le langage courant, le terme « verre » sert à désigner un matériau fragile et transparent (Lombardo, 2002). Le verre est une substance amorphe composé principalement de silice fondue à haute température, à laquelle on ajoute d'autres oxydes. On le refroidit jusqu'à devenir rigide sans qu'il y ait cristallisation. Le verre peut également être translucide ou opaque suivant sa composition (Vignes et Beurroies, 1997).

Les emplois du verre sont très variés, de l'utilisation quotidienne à la haute technologie : on cite comme exemple les verres plats (vitrage), les verres coulés (architecture), les verres creux (bouteilles), les verres d'optique (lentilles, prismes), les verres à base de plomb (cristal et antiradiations), les verres photochimiques (antisolaire, flashes d'appareils photo), les vitrocéramiques, les fibres optiques, les verres au fluor (Ayadi, 2007).

Les verres de silicate sont caractérisés par une dureté et une résistance mécanique élevées, liées à la liaison atomique forte du réseau de silice et à la faible ténacité. L'absence de la plasticité rend le verre susceptible de la rupture fragile.

9.3. La transition vitreuse

La manière classique de produire un verre consiste à refroidir un liquide suffisamment rapidement pour que la cristallisation n'ait pas le temps de se produire. L'accroissement continu de la viscosité lorsque la température diminue a pour résultat un figeage progressif du liquide jusqu'à sa solidification finale. Pour étudier ce processus (figure 10), on peut suivre l'évolution d'une variable thermodynamique, tel que le volume spécifique V , en fonction de la température T (Zarzycki, 1982).

En partant d'un liquide à température élevée, l'abaissement de température provoque d'abord une contraction du liquide. Lorsqu'on atteint le point de solidification T_f , deux phénomènes peuvent se produire suivant la vitesse de refroidissement : En résumé, dans le premier cas on obtient généralement le liquide cristallisé donc la cristallisation peut être évitée, quand la température du liquide diminue, on passe à un état métastable appelé liquide surfondu. Dans le deuxième cas on diminue encore la température du liquide surfondu provoquant une contraction puis, à partir d'une certaine température T_g (transition vitreuse), le liquide surfondu passe à l'état de verre (Papon et al., 2002).

La température de transition vitreuse est l'une des caractéristiques fondamentales du verre, aux températures supérieures à la transition vitreuse, pour la majorité des auteurs (Jain and Yi, 2005, Parsa et al., 2005) le verre est considéré comme un matériau visqueux.

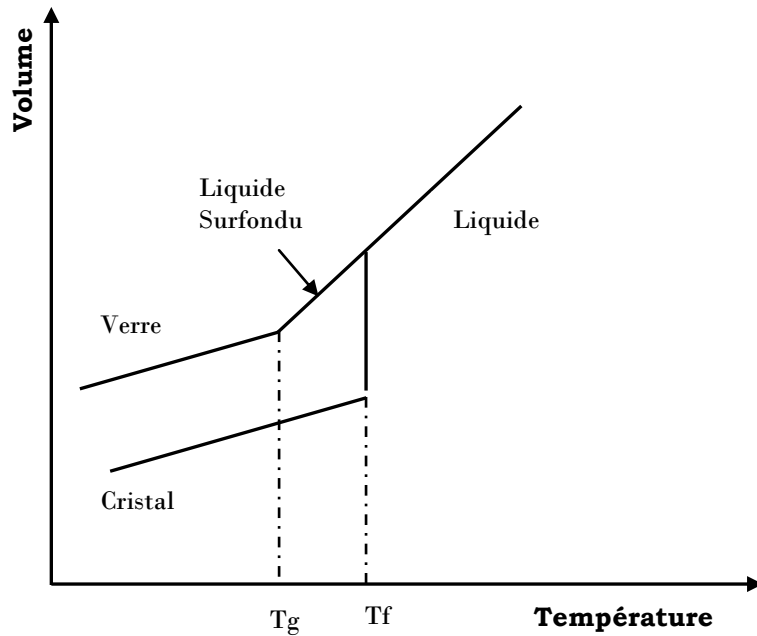


Figure 10. Variation du volume spécifique V d'un verre en fonction de la température

T_g : température de transition vitreuse.

T_f : température de fusion.

9.4. Viscosité du verre

Un facteur qui est sans aucun doute important pour la formation du verre est la viscosité du liquide au-dessus de son point de fusion. A chaque étape du refroidissement le liquide atteint un état d'équilibre interne suivant les variations de température. Cependant, quand la température s'abaisse, la viscosité du liquide s'accroît jusqu'à une certaine valeur de température pour laquelle l'état d'équilibre interne du liquide n'est plus maintenu. Cette valeur de température correspond à la température T_g , obtenue pour une viscosité d'environ 10^{13} poises (Gavarini, 2002).

9.4.1. Comportement de la viscosité en fonction de la température

A la température « t » est mesurable, elle est de l'ordre 10^{19} à 10^{20} poises autrement dit en présence d'un corps fragile, lorsque la température augmente, la viscosité (η) diminue tout d'abord peu, puis plus rapide et en fin plus lentement pour atteindre aux températures habituelles de fusion comprise

entre 1100 et 1600 °C avec une valeur de la viscosité relativement élevée de 10^{12} poises.

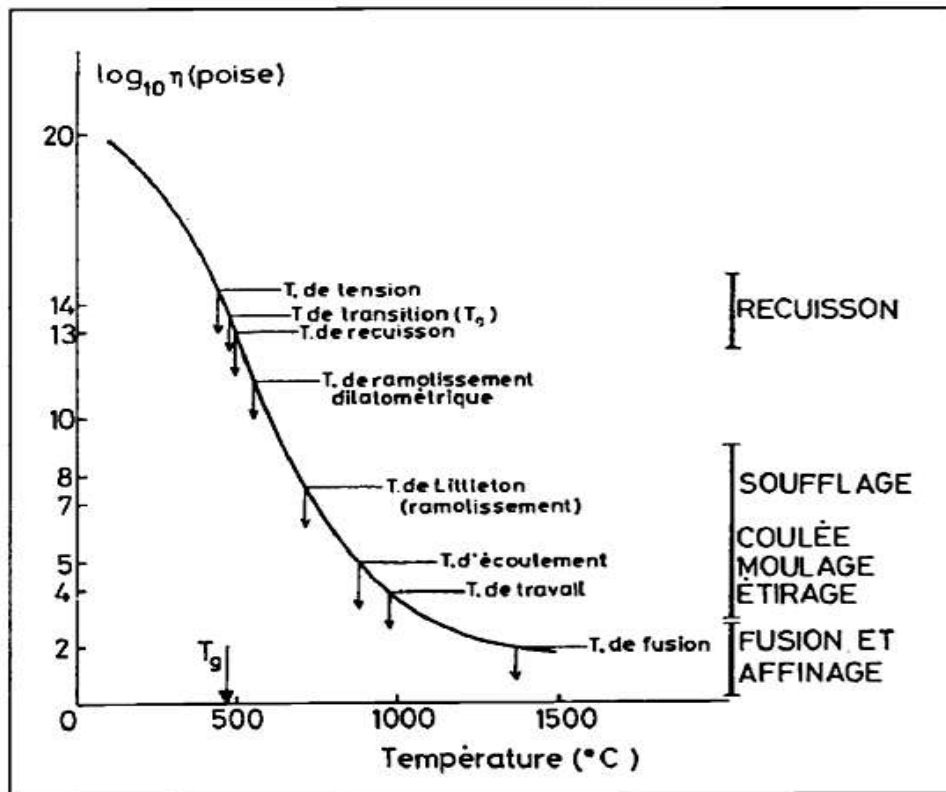


Figure 11. Variations de la viscosité d'un verre silico-sodo-calcique industriel en fonction de la température

9.5. Les matières premières

Le verre est un matériau, composé de nombreux oxydes, mais le plus souvent élaboré à partir des trois constituants de base : l'oxyde de silicium (SiO_2), l'oxyde de sodium (Na_2O) et l'oxyde de calcium (CaO). Pour des nombreux verres industriels (verre d'emballage et verre plat) ces trois éléments représentent environ 95 % de leur composition pondérale, ce qui permet de définir le verre sur un plan chimique comme un silicate de sodium et de calcium. La silice trouvée abondamment dans la nature sous forme de sable (quartz), ces derniers sont à l'exception du sable composés à plus 99 % de SiO_2 (les sables quartzueux riches en SiO_2). Bien que les verres usuels soient constitués entre 60 et 80 % de son poids ; c'est le principal élément dit d'oxyde formateur de réseau « vitrifiant »

Les caractéristiques d'une matière première verrerie contiennent obligatoirement des spécifications techniques (Barton et Guillement, 2005). Il s'agit essentiellement des niveaux de la granulométrie, de l'humidité et du seuil des impuretés surtout l'oxyde de fer, responsable de la coloration verte.

Le verre flotté standard contient près de 0,1 % de Fe_2O_3 , le verre de flaconnage 5 fois moins et certains verres de couleur 5 fois plus. L'alumine est un constituant mineur du verre sodocalcique dont elle améliore la résistance hydrolytique, lorsque sa teneur est moins de 0,6 %. Chaque usine sélectionne elle-même ses matières premières afin de produire un verre de qualité voulue au meilleur prix de revient.

Le verre se décline en plusieurs classes dont le tableau 7 résume quelques compositions chimiques caractéristiques. On peut citer, par exemple et les verres sodocalciques, les verres borosilicates (Zarzycki, 1982).

Tableau 7. Composition chimique de quelques verres

Composants (%)	SiO_2	B_2O_3	Al_2O_3	Na_2O	K_2O	CaO	MgO	Fe_2O_3
Verre plat	72,5	00,0	1,5	13	0,3	9,3	3,00	0,00
Verre à bouteilles	73,0	00,0	1,0	15	0,0	10	0,00	0,05
Pyrex (borosilicates)	80,6	12,6	2,2	4,2	0,0	0,1	0,05	0,05

La composition chimique conditionne la qualité du verre ainsi que le processus d'élaboration et de mise en forme. Car l'aptitude à la vitrification, est fonction de la proportion des oxydes formateurs et modificateurs dans le mélange initial.

9.6. Structure des verres

Dans tous les solides, ainsi que les verres, l'arrangement existant entre les éléments constitutants détermine sa structure. Il est nécessaire de connaître la structure des verres avant de comprendre ou de prévoir leurs propriétés. Nous présenterons, pour commencer, un ensemble de données définissant les structures des verres d'oxydes.

La silice (SiO_2) avec comme éléments structural de base un tétraèdre forme de 4 anions O^{2-} avec un cation Si^{4+} en son centre (Celarie, 2004), par

définition, chaque liaison entre deux tétraèdres SiO_4 est effectuée par un atome d'oxygène qui, dans cette configuration est appelé oxygène pontant (Jupille, 2001).

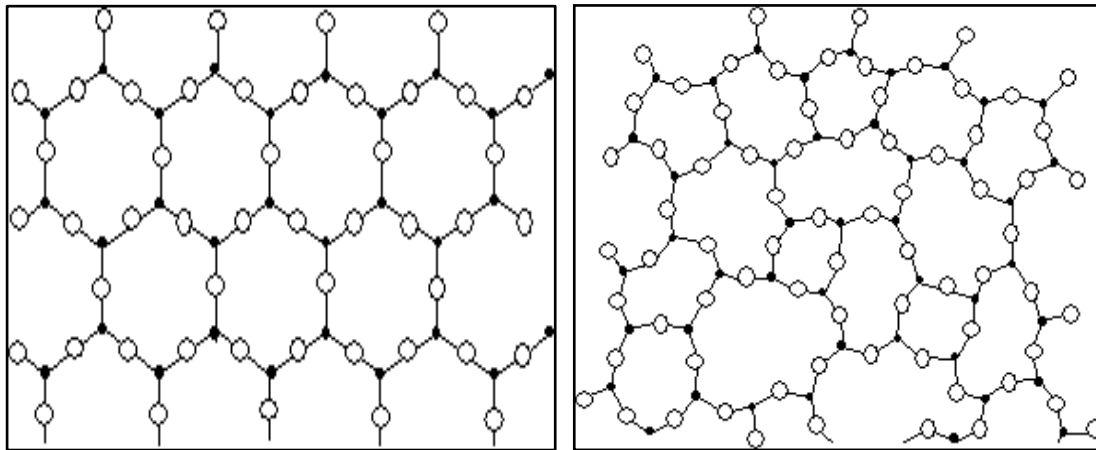


Figure 12. Représentation schématique réseaux de silice (silice cristallisée - à gauche) et (silice vitreuse - à droite) formateurs de réseau (De Bonfils, 2007)

9.7. Composition des verres

Le verre est un matériau dont la composition est complexe, souvent 8 à 10 oxydes différents en assurent les propriétés : le point de fusion, la viscosité, les propriétés mécaniques, la résistance chimique et la couleur (Lehmann, 2006). Les oxydes contenus dans les verres sont classés suivant leur fonction à l'intérieur du réseau, il existe des oxydes formateurs (vitrifiant), des oxydes modificateurs et enfin des oxydes secondaires.

a) Les oxydes formateurs de réseau : Une grande quantité de matériaux est capable de former un verre. Les principaux oxydes formateurs de verres sont SiO_2 , B_2O_3 , GeO_2 et P_2O_5 (West, 1987), mais le composé le plus couramment utilisé et étudié est la silice.

- **La silice (SiO_2)** : Actuellement, la silice est encore un oxyde majeur que l'on retrouve dans la plupart des verres industriels qui représente environ 70% de la masse. Elle est, de part sa capacité à former un réseau. Si l'on augmente sa quantité, on augmente la dureté du verre. Son point de fusion est à 1730°C . Elle entre dans la fabrication sous forme de sable dont les plus purs en contiennent 99,5 % (les sables quartzeux). Plus le pourcentage de silice est

élevé et plus le coefficient de dilatation est faible ; donc, plus le verre est résistant.

- **L'anhydride borique (B_2O_3)** : est utilisé parfois comme formateur unique dans les émaux et les verres très fusibles. Le plus souvent il est associé à la silice (verres borosilicatés). Le bore ou borax (B_2O_3) diminue le coefficient de dilatation et améliore ainsi sa résistance aux chocs thermiques et plus résistant à l'eau.

- **L'anhydride phosphorique** : (le phosphore P_2O_5) augment l'indice de réfraction et la brillance du verre employé généralement dans le domaine de l'optique.

b) Oxyde modificateur de réseau :

- **Les fondants (oxydes alcalins)** : La silice permet d'obtenir un verre, mais son point de fusion est très élevé ($1730^\circ C$). En ajoutant des fondants comme l'oxyde de sodium (Na_2O) ou l'oxyde de potassium (K_2O), on abaisse cette température à $1400^\circ C$ (économie d'énergie) et on facilite les possibilités de travail. D'autre part l'introduction de ces oxydes dans le réseau on peut modifier la structure d'un verre, l'atome d'oxygène initialement pontant Si-O-Si crée une liaison ionique avec chaque molécule de Na_2O , Chacune des charges négatives est compensée par un Na^+ voisin, alors les oxygènes liés à un seul atome sont appelés des oxygènes non pontants, l'introduction de molécules de Na_2O selon le principe suivant (figure 13).

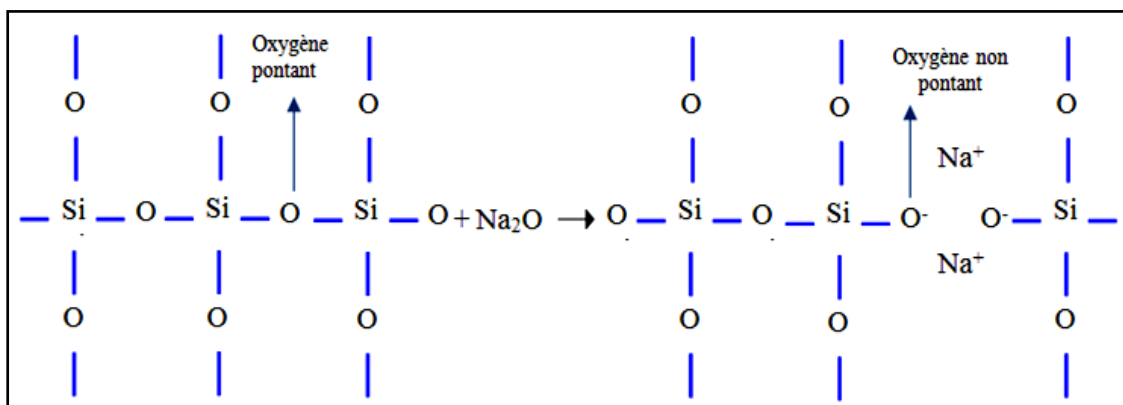


Figure 13. Création d'un oxygène non-pontant dans un verre silicaté par l'introduction d'oxyde modificateur Na_2O (Papon et al., 2002)

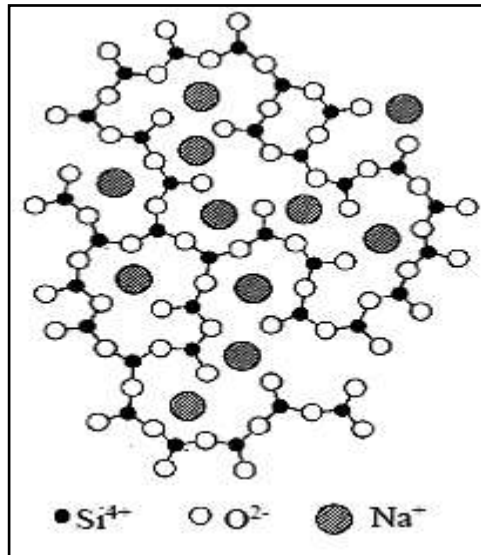


Figure 14. Représentation schématique plane d'un verre sodique ; les ions modificateurs cassent le réseau en se liant à des atomes d'oxygène non-pontants (Lombardo., 2002)

- ***L'oxyde de sodium (la soude Na_2O)*** : il entrerait autrefois dans les compositions sous forme de cendres de plantes marines (ex : la salicorne) ou de nitre (natron). Il abaisse le point de fusion, augmente l'éclat du verre et sa résistance aux agents atmosphériques ainsi que le coefficient de dilatation (Comte, 2004).

- ***L'oxyde de potassium (K_2O)*** : Il entrerait autrefois dans la composition sous forme de cendres de plantes terrestres comme la fougère ; aujourd'hui, on utilise du salpêtre. Il abaisse le point de fusion, augmente l'éclat du verre et le rend doux à la taille, mais il diminue sa résistance chimique (Comte, 2004).

c) Les stabilisants (oxydes alcalino-terreux) : le plus souvent de nature calcique, ils confèrent au verre une plus grande dureté et durabilité chimique et le rendent insoluble dans l'eau. Par contre, ils rendent le verre plus difficile à travailler et freinent les mouvements des fondants, les éléments le plus utilisés sont : Le calcaire et la dolomie ($CaCO_3$, MgO) se trouve sous forme de chaux (qui est le stabilisant le plus employé) et la dolomie (lorsque le verre doit contenir de la magnésie). CaO améliore la résistance chimique du verre, sont éclat en diminuant fortement leur solubilité (Comte, 2004).

d) Les agents colorants : Les verres ne doivent pas être transparents cela signifie que l'on ajoute des oxydes métalliques pendant la fusion. Présent en

moindre quantité, ils influent sur les propriétés du verre, le meilleur exemple est donné par les colorants, qui sont le plus souvent des oxydes métalliques qui peuvent être ajoutés dans la composition principale ou dans le canal du four, sous forme de frites colorées.

Tableau 8. Métaux de transition : formes oxydées rencontrées dans les verres de silicates (Bamford, 1977)

Elément	Ion	Couleur
Cuivre	Cu ²⁺	Bleu clair
Chrome	Cr ³⁺	Vert
Manganèse	Mn ³⁺	Violet
Fer	Fe ³⁺	Marron clair
Fer	Fe ²⁺	Bleu-vert
Cobalt	Co ²⁺	Bleu intense, dans les verres au bore, rose
Nickel	Ni ²⁺	Marron gris, jaune, vert, bleu à violet en fonction de la matrice du verre.
Vanadium	V ³⁺	Vert dans le verre à la silice, marron dans le verre au bore
Titane	Ti ³⁺	Violet

9.8. Elaboration du verre

L'élaboration du verre est l'ensemble des opérations au cours desquelles le mélange vitrifiable des matières premières est transformé en une masse liquide homogène de viscosité convenable pour être ensuite mise en forme. Pour fabriquer un verre ayant des propriétés spécifiques (Ayadi, 2007), on fait appel à des considérations physico-chimiques pour le choix des constituants. En effet, hormis les traitements post-fabrication, c'est essentiellement la proportion des divers constituants chimiques dans le mélange initial qui détermine les propriétés du verre.

On distingue traditionnellement trois étapes dans le processus d'élaboration du verre : la fusion, l'homogénéisation avec l'affinage et le conditionnement thermique.

- **Stade de fusion** : stade de dissolution de la matière première et stade de formation du verre (Ayadi, 2007). Dans cette première phase, les réactions démarrent rapidement au dessous de 800°C. Lorsque les matières sont plus fusible tels que les carbonates et les sulfates de sodium ainsi que la dolomie et le calcaire, ils commencent à fondre, il y a attaque du sable et dégagement de CO₂ résultant de la décomposition des carbonates. Mais si la température reste relativement basse au dessous de 1000 °C, la réaction se ralentit très vite car au fur et à la mesure de la dissolution du sable dans les carbonates, le liquide devient de plus en plus visqueux, dans cette première phase la dissolution du sable est de 70 %.

- **Stade de formation du verre** : Dans cette phase la température augment jusqu'à 1400°C. Le verre devient plus liquide à ce niveau, et la réaction peut se poursuivre jusqu'à la dissolution complète du sable. La couche superficielle étant fondue, les couches sous adjacente s'échauffent à leur tour et la fusion se poursuit progressivement. Il reste des grains de sable rassemblés à la surface du verre, ils sont attaqués ensuite par le sulfate de soude qui réagit à haute température que les carbonates.

- **L'affinage et l'homogénéisation** : De nombreuses réactions chimiques se produisent au cours de la fusion formées par des quantités importantes de CO₂, N₂ et SO₂ dans le bain de verre fondu et en partie s'éliminer sous formes de bulles gazeuses en mouvement ascensionnel à l'intérieur du bain de verre : c'est la phase d'affinage du verre (Gérard, 2007). Pour accélérer cette phase, les bulles n'atteignent pas la surface du bain de verre à cause de la viscosité du verre fondu élevée, afin de remédier à ce problème, la température du verre est légèrement augmentée afin de diminuer sa viscosité. Pour faciliter l'élimination des bulles, on peut introduire dans ce bain des agents d'affinage (essentiellement du sulfate de sodium ou calcium). Pour obtenir une bonne qualité de verre, il est nécessaire d'avoir une phase d'agitation mécanique du bain de verre. Cette opération ne peut se faire que par des courants de convection naturels, générés par l'existence de gradients thermiques à l'intérieur du four et en particulier par les écarts de température entre le fond du four plus froid et la surface plus chaude. Cette opération de brassage est

indispensable pour homogénéiser le verre en cours d'élaboration, et terminer les opérations de dissolutions des matières premières encore existantes.

- **Le conditionnement thermique** : Au début de l'opération de mise en forme, la viscosité du liquide doit être au moins dix fois plus élevée que pendant l'affinage, il faut donc obligatoirement abaisser la température du verre (Barton et Guillement, 2005). En pratique, on le laisse se refroidir et, pour éviter les forts gradients de viscosité, on fait en sorte que ce refroidissement soit très lent.

9.9. Propriétés des verres

La composition chimique joue un rôle important dans la détermination des plusieurs propriétés des verres. Les propriétés des verres d'oxydes, en conséquence, leurs applications ont été améliorées au cours des siècles. Un intérêt majeur des verres réside dans le fait que toute propriété peut être variée de manière continue par la modification de composition. Or, les modifications de compositions sont aisément réalisables et quasiment infinies.

L'intérêt fondamental des verres par rapport aux matériaux cristallisés réside dans la possibilité de les obtenir dans de très larges domaines de compositions. Ils peuvent tolérer l'addition d'éléments étrangers dans des proportions telles que non seulement leurs propriétés physiques en sont profondément modifiées, mais aussi que de nouvelles propriétés apparaissent. Une autre caractéristique des verres est leur sensibilité aux chocs thermiques.

Depuis des décennies, plusieurs travaux de recherche ont été réalisés dans le domaine des verres afin d'établir des relations entre les propriétés physiques (le volume molaire, coefficient de dilatation thermique, indice de réfraction, etc.) et les compositions chimiques en se basant sur la relation des mélanges.

9.9.1. Propriétés physiques

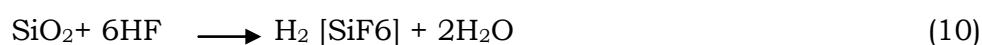
Transmission de la lumière : La transparence du verre varie avec sa composition et pour une composition donnée avec la partie du spectre lumineux considérée. L'utilisation courante des verres d'oxydes à base de silice est liée à leur bonne transmission dans la partie « optique » du spectre. Certains verres à

base de fluorures et de phosphates transmettent dans l'ultraviolet plus que les verres à base de silice.

- **densité**: elle est voisine de 2,5. Sa mesure est effectuée avec précision : elle permet de détecter en usine des variations anormales de composition.

9.9.2. Propriété chimique

- **durabilité chimique** : On appelle la résistance chimique du verre aux acides et autres agents de dégradation. De tous les réactifs les plus connus, seul l'acide fluorhydrique a un effet d'attaque immédiat (utilisé pour dépolir le verre), au cours de laquelle le constituant principal du verre se trouve mis en solution suivant la réaction (Scholze, 1968) :



Une basse teneur en soude et l'ajout d'alumine et/ou de magnésie favorisent le renforcement du verre de ce point de vue.

9.9.3. Propriétés thermiques

- **dilatation** : Le coefficient de dilatation présente un grand intérêt pratique car il lui est associé une résistance aux chocs thermiques. Entre 20 et 300°C pour un verre d'emballage courant, $\alpha = 85.107/\text{K}$ (signifie qu'entre 20 et 300°C, un barreau de 1 m se dilate de 8.5 μm par degré d'élévation de température).

- **conductivité électrique** : Un corps est électriquement conducteur si les électrons ou les ions libres à l'intérieur de ce corps permettant le transport de courant. Les verres sont formés d'un réseau dans lequel sont logés les cations modificateurs. Puisque ceux-ci, avant tous les ions alcalins, sont liés dans le réseau surtout de façon ionique, ils ont certaine mobilité, si bien que les verres possèdent une faible conductivité électrique.

9.10. Famille des verres

La classification la plus largement utilisée, pour distinguer les différents types de verre est fondée sur la composition chimique qui donne quatre groupes principaux, les verres sodocalciques, le verre au plomb 24 % et le cristal, les

verres au borosilicate et les verres spéciaux. Les trois premières catégories représentent plus de 95 % de la production totale de verre. Les milliers de formules spéciales de verre, généralement produites en petites quantités, représentent les 5 % restants. A de rares exceptions près, la plupart des verres sont à base de silicates, le principal composant étant le dioxyde de silicium (SiO_2).

Les compositions chimiques des verres sont ajustées en fonction de l'usage auquel elles sont destinées, en tenant compte à la fois des performances obtenues. Les compositions possibles des verres silicatés sont fort nombreuses mais elles peuvent se classer en un certain nombre de famille (Barton et Guilleminot, 2005, Vignes et Beurroies, 1997) dont les caractères essentiels sont donnés ci-dessous.

Tableau 9. Verres listés par catégorie, domaine de composition et applications

Catégorie	Domaine typique de composition	Applications
Verre Sodocalcique	SiO_2 , CaO , Na_2O	Vitrage, Bouteilles Flaconnage, Gobeletterie
Verre de Borosilicate	SiO_2 , B_2O_3 , Na_2O	Pharmacie, culinaire, laboratoire
Verre d'alumino-silicate	SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , B_2O_3	Fibre de renforcement
Verre au plomb	SiO_2 , PbO , K_2O	Verrerie d'art Flaconnage de luxe Ecrans de protection
Verre de Silice	SiO_2	Fibre optique
Verre à base de zircon	SiO_2 , ZrO_2 , Na_2O	Renforcement du ciment
Bio-verres	Na_2O , CaO , SiO_2 , P_2O_5	médicales
Verre fluorés	ZrF_4 combiné à d'autres fluorures	Fibre optique de courtes distances
Vitrocéramique	Li_2O , Al_2O_3 , SiO_2	Culinaires, optiques

- **Verres sodocalciques** : La famille dont l'usage est le plus répandu est la famille sodocalcique. Actuellement, elle représente plus de 90 % des verres fabriqués dans le monde. Le verre sodocalcique est généralement composé de 71 à 75 % de dioxyde de silicium (SiO_2), principalement extrait du sable, de 12

à 16 % d'oxyde de sodium, soude Na_2O contenu dans le carbonate de sodium Na_2CO_3 , de 10 à 15 % d'oxyde de calcium, CaO contenu dans le calcaire CaCO_3 , et de petites quantités d'autres composants, destinés à conférer au verre des propriétés spécifiques. Dans certaines compositions, un certain pourcentage d'oxyde de calcium ou d'oxyde de sodium est remplacé, respectivement, par de l'oxyde de magnésium, MgO , et de l'oxyde de potassium, K_2O .

Le verre sodocalcique est utilisé pour la fabrication de bouteilles, de bocaux, de vaisselle ordinaire et de fenêtres. Cette ample utilisation du verre sodocalcique est due à ses propriétés physiques et chimiques. Parmi ces propriétés, la plus importante est l'excellente transmission de la lumière, d'où son utilisation dans le verre plat et dans la fabrication d'articles transparents. Ses propriétés élastiques et thermiques sont suffisantes, pour ce type d'applications, et les matières premières sont, en comparaison, bon marché et leur fusion peu coûteuse. Le coefficient d'expansion thermique et d'autant plus élevé et la résistance au choc thermique et une stabilité chimique plus faibles ne sont pas nécessaires que le contenu d'alcalin est élevé, le rôle des oxydes alcalins dans une composition verrière est de forme avec la silice des silicates à bas point de fusion.

- **Verres au Plomb** : L'oxyde de plomb peut être utilisé pour remplacer la plupart de l'oxyde de calcium, dans la composition, pour obtenir ce type de verre, qui est communément appelé verre au plomb. La composition courante de ce type de verre est de 54 à 65 % de SiO_2 , de 25 à 30 % de PbO , de 13 à 15 % Na_2O ou K_2O , ainsi que d'autres composants secondaires. Ce type de formule, avec un contenu d'oxyde de plomb supérieur à 24 %, permet d'obtenir un verre à haute densité, doté d'un indice de réfraction élevé, et donc, d'une excellente brillance et sonorité, pouvant être facilement travaillé et modelé, avec des formes et des décorations différentes. Parmi ces produits figurent les verres à boire de grande qualité, des carafes, des bols et des articles de décoration.

- **Borosilicates** : Le verre au borosilicate contient du trioxyde de bore (B_2O_3), ainsi qu'un pourcentage plus élevé de dioxyde de silice. La composition habituelle comprend entre 70 % et 80 % de SiO_2 , de 7 à 15 % de B_2O_3 , entre 4 % et 8 % de Na_2O ou K_2O , et de 2 à 7 % d'oxyde d'aluminium Al_2O_3 . Ce type verres ayant de composition présentent une haute résistance à la corrosion

chimique, ont un faible coefficient de dilatation entraînant une grande résistance au choc thermique et de bonne caractéristique électrique. Parmi les applications de ce type de verre figurent les composants de procédés chimiques, les équipements de laboratoire, les récipients utilisés en pharmacie, l'éclairage, les récipients pour cuisson, les portes de fours et les plaques de cuisson.

- **Verres spéciaux** : Il s'agit d'une catégorie extrêmement diversifiée, comprenant des produits à faible volume de production et à haute valeur ajoutée, dont la composition varie énormément, en fonction des propriétés requises. Parmi les applications figurent des produits spécifiques au borosilicate, des verres pour produits optiques, pour l'électronique, les tubes cathodiques, le verre de silice, le verre scellé, les tubes pour rayons X, le verre pour soudure, le verre fritté, les électrodes et la vitrocéramique.

- **Verre de silice** : Il est obtenu par fusion de quartz ou de sable très purs sans addition d'aucun fondant, il contient au moins 96 % de silice. Le verre de silice réunit des qualités exceptionnelles sur le plan de la résistance au choc thermique, de la transparence aux rayonnements et d'inertie chimique.

Le verre de silice est très difficile à élaborer non seulement à cause de température de fusion très élevée (1710 °C) mais aussi et surtout à cause de la viscosité très forte (10^5 Pas) du liquide à cette température.

- **Les vitrocéramiques** : ils sont des matériaux poly-cristallins biphasiques, constitués d'une phase amorphe dans laquelle sont réparties des particules cristallisées appelées cristallites. Au début de leur découverte, seuls les matériaux dont plus de 50% du volume était cristallisé étaient appelés "vitrocéramiques". Mais aujourd'hui, tout matériau amorphe contenant des particules cristallisées est appelé vitrocéramique. La taille de ces cristallites varie entre 5 nm et 200 μ m selon la composition et la préparation des vitrocéramiques. Il faut bien noter qu'il n'y a pas de porosité dans ces matériaux, contrairement aux céramiques issues du frittage.

Conclusion

La composition chimique de sable siliceux explique le fait que la plupart des travaux de recherche se sont basés exclusivement sur des études expérimentales (physique, physico-chimique, chimique, ou biologique), cette composition peut être considérée comme étant le principal obstacle pour l'élaboration de verre.

Il est à noter que la majorité de ces recherches ont surtout traité le problème des impuretés présentes dans la matière première principalement l'oxyde de fer, de titane et l'alumine.

Les notions de base sur le verre ont été rappelées dans ce chapitre. Le verre est un solide amorphe (non cristallin) caractérisé par le phénomène de transition vitreuse, et métastable d'un point de vue thermodynamique. Il est possible d'obtenir des verres avec plusieurs composantes, ceci résulte de la compréhension de la structure des verres. Pour cela, trois modèles structuraux, on été discutés dans le cas des verres d'oxydes (la silice), puis nous avons parlé à d'autres types des verres : verres au plomb, borosilicates, verres spéciaux et les vitrocéramiques. Quelques propriétés des verres, telle que les propriétés chimiques, thermiques et électriques ont été rappelées à la fin du chapitre.

C H A P I T R E 3

CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE DE GRES D'EL-AOUANA (JIJEL)

Une caractérisation a été réalisée sur les grès à l'étude afin de connaître au maximum leurs caractéristiques spécifiques. Dans un premier temps nous avons donc caractérisé les propriétés physique, chimique et minéralogique, ensuite une observation faite au cours de ces travaux permis de déterminer la maille de libération optimale. La seconde partie est consacrée à la présentation et à la discussion des différents résultats obtenus par différentes méthodes et moyens d'identification, à partir de cette connaissance qu'on pourra envisager une voie d'enrichissement.

1. Échantillonnage

La stratégie de prélèvement repose essentiellement sur le volume et le nombre des échantillons, ainsi que sur le choix des stations d'échantillonnage (nombre, emplacement et positionnement). L'échantillonnage se définit comme une procédure dans laquelle une portion de substance, de matériau ou de produit est prélevée pour fournir un échantillon représentatif de l'ensemble pour les besoins de l'analyse, la représentativité des échantillons dépend en grande partie des choix qui sont effectués. Le choix de l'équipement utilisé pour prélever les échantillons est principalement effectué en fonction du type d'échantillon, du volume requis et de la localisation du minerai lors du prélèvement. Le prélèvement à été effectué sur l'ensemble de la zone d'étude, un échantillon de 60 kg des grès a été prélevé au mois de mai 2010, et après une réception des échantillons au laboratoire.

2. Préparations des échantillons pour analyse

Le grès utilisé dans cette étude provient de la région d'El-Aouana (Jijel). Il se présente sous forme d'une particule de 0 à 40 mm. Quand l'échantillon se compose de fragments de roche non broyée est traité pour préparer des lames

minces pour la microscopie optique et les études de texture. Les fragments restants de grès sont alors concassés en un produit inférieure à 5 mm. Ceux-ci peuvent être homogénéisés, et échantillonnés par une série de quartage jusqu'à l'obtention d'un échantillon représentatif de 1 kg.

Des échantillons non cohérents peuvent être tamisés pour déterminer leur composition granulométrique, et chacune des fractions peut être analysée chimiquement et ensuite sa caractérisation a été faite par diffraction des rayons X. La microscopie optique est employée pour identifier les espèces minérales, spécifier les types de particules minérales, la taille des grains des divers composants et leur libération. Des échantillons peuvent être examinés sous forme de grains montés ou de lames minces.

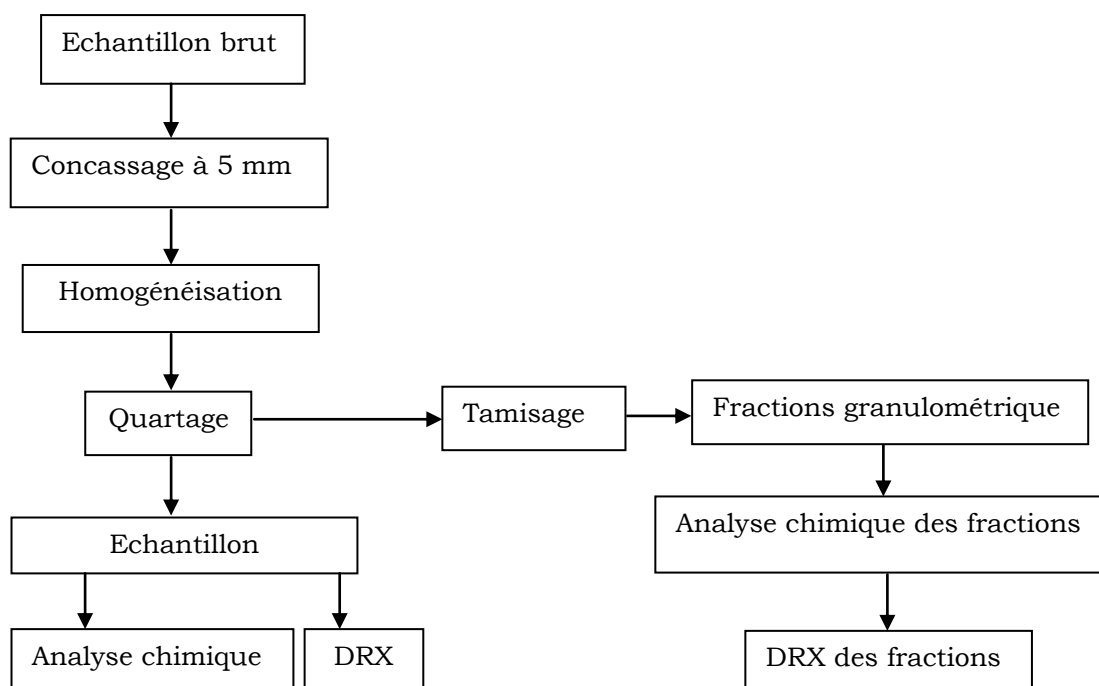


Figure 15. Protocole d'échantillonnage des grès

2.1. Quartage

C'est une opération indispensable pour une meilleure représentativité de l'échantillon. Avant cette opération, il est nécessaire de procéder à une homogénéisation du minerai. Elle consiste à construire un cône régulier au moyen d'une petite pelle, qu'on transforme sous forme de galette plate de contour plus au moins rond. Cette galette est ensuite partagée en quatre quarts

égaux. On prélève deux quarts opposés, alors que les deux autres seront gardés comme témoins. On recommence la même procédure de fractionnement jusqu'au dernier quartage.

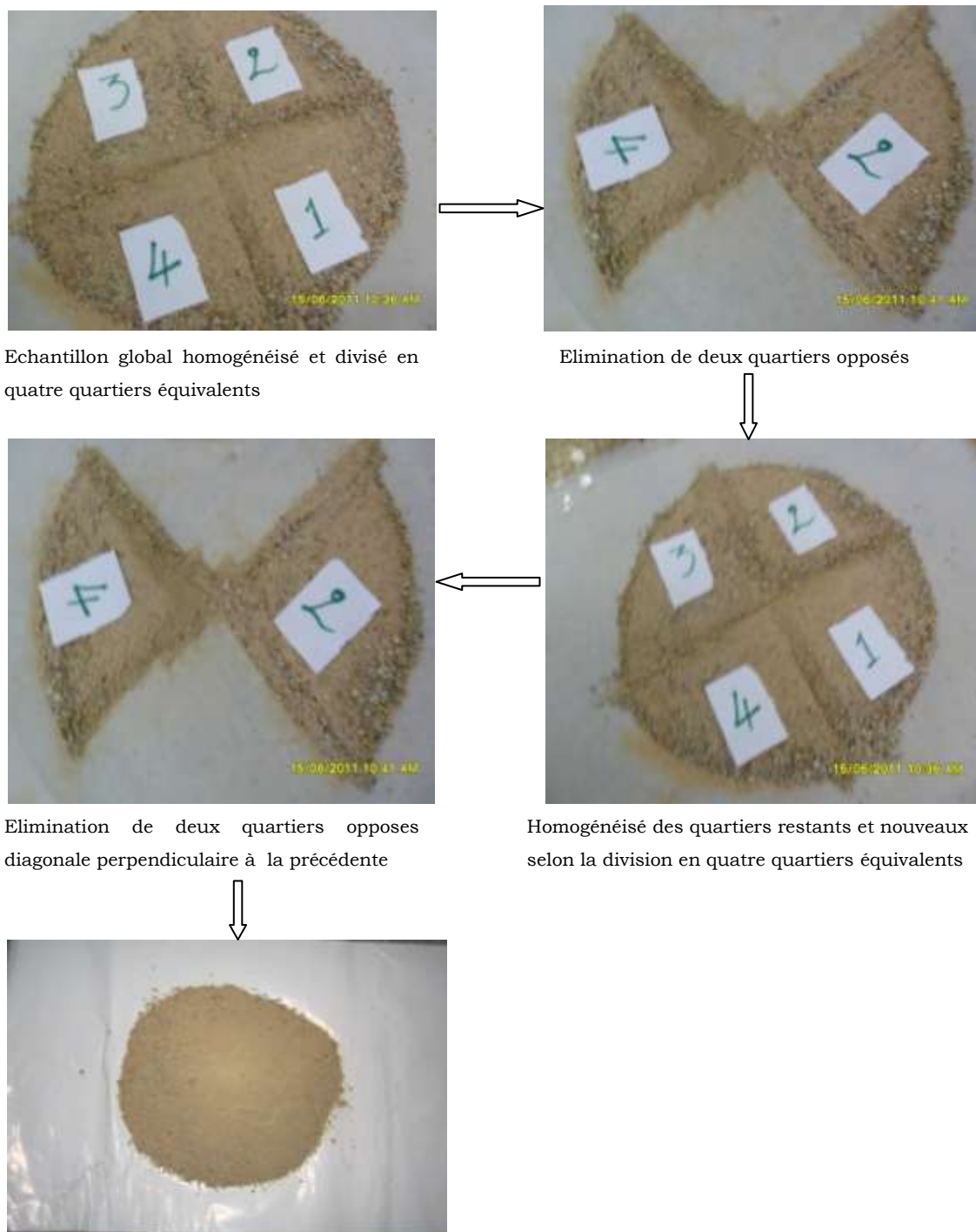


Figure 16. Opération de quartage

2.2. Observations macroscopique d'échantillon

A l'échelle macroscopique, on peut déjà observer à l'œil nu une différence de coloration entre les particules d'échantillon prélevé (figure 17). Tous les grains de grès (sable consolidés) ne présentent pas la même couleur, qui varie de teintes vives: certains sont rouge foncé, indiquant la présence de Fe_2O_3 , d'autres sont de couleur blanc jaunâtre au blanc cassé, couleur témoignant d'une faible quantité des oxydes ferriques ou d'une absence de dépôt.

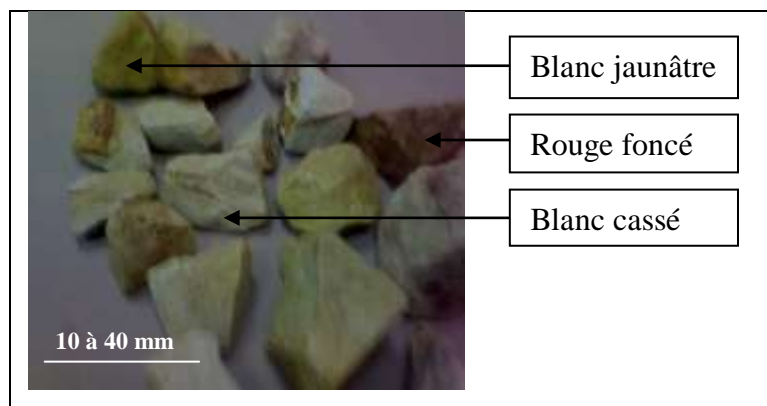


Figure 17. Observations des grains de sable à l'échelle macroscopique

3. Observations microscopiques

Le premier niveau des observations microscopiques a été réalisées sur des fractions granulométriques pour déterminer les caractéristiques morphologiques des différents minéraux existants dans les sables et le deuxième niveau des observations ont été réalisées sur des lames minces à l'aide d'un microscope optique équipé d'un dispositif à lumière naturelle et lumière polarisée.

3.1. Préparation des lames

Les échantillons sont découpés des pièces élaborées, à l'aide d'une micro-tronçonneuse automatique avec disque diamanté. Le refroidissement de l'échantillon est impératif pour éviter une quelconque modification de la structure des échantillons.

3.2. Polissage mécanique

Il consiste à rendre la surface plane et brillante de façon à ce qu'elle ne présente aucune rayure susceptible de gêner l'examen microscopique. Cette opération se fait généralement en deux étapes: pré polissage et polissage de finition.

En premier, les échantillons sont polis mécaniquement par frottement sur des poudres abrasives de granulométrie de plus en plus fine passant de 40 à 80 μm . Le polissage se fait habituellement avec arrosage d'eau pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon. A l'étape finale, le polissage se fait sur une plaque de verre, l'objectif de cette étape est d'obtenir une surface avec un aspect miroir.

3.3. Examen au microscope optique (MO)

Les observations des lames minces ont été effectuées par un microscope métallographique de marque Olympus BX51, le microscope autorise des grossissements allant jusqu'à 20x. Une caméra équipe le microscope pour numériser des images observées à travers une carte d'acquisition incorporée dans un micro-ordinateur.

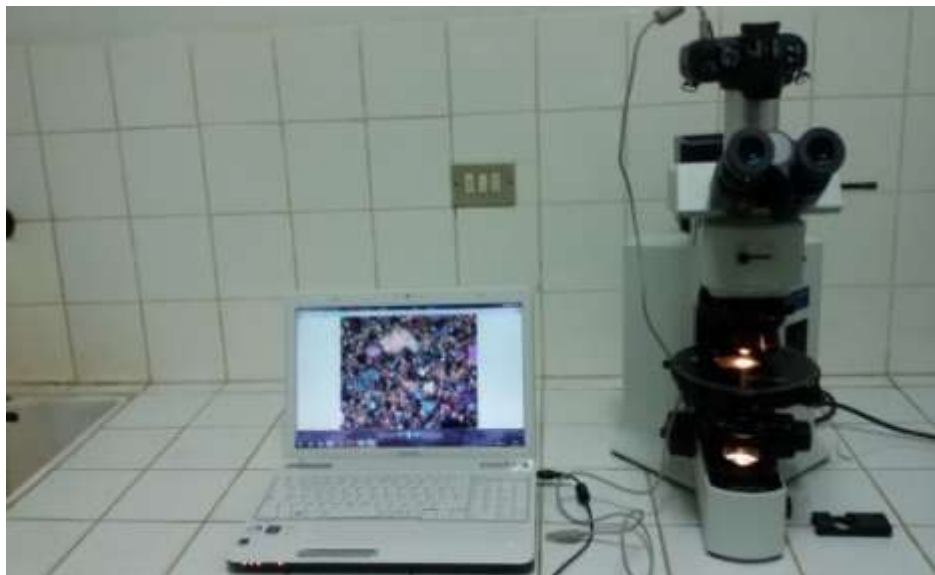


Figure 18. Microscope métallographique Olympus BX51 (Laboratoire de Valorisation de Ressources Minérales et Environnement, Université El Manar Tunis)

4. Caractérisation physico-chimique

La caractérisation de minerai de grès à l'aide de plusieurs outils d'analyse ont porté sur l'analyse granulométrique par tamisage réalisé sur un échantillon représentatif des grès brut, l'analyse minéralogique par DRX ayant pour but de déterminer les différentes phases minérales présentées dans les échantillons, ainsi que l'analyse granulo-chimique faisant l'objet d'une connaissance de la distribution des oxydes dans les différentes fractions granulométriques. En outre, la caractérisation physico-chimique est nécessaire d'une part, pour déterminer la maille optimale de libération et d'autre part, pour fournir les informations nécessaires afin d'orienter les essais d'enrichissement des grès.

4.1. Etude granulométrique

Les analyses granulométriques ont pour objectif de mesurer la distribution par taille des particules d'un échantillon. L'identification des différentes familles granulométriques qui constituent un échantillon permet par ailleurs de définir sa texture. L'obtention des différentes fractions granulométriques, via cette analyse, a également permis d'étudier plus finement la répartition des espèces minérales par diffraction des rayons X (DRX), ainsi que celle des éléments traces et majeurs par analyse chimique.

4.1.1. Tamisage des échantillons

Avant de s'intéresser à la nature chimique de la matière minérale, il est nécessaire de connaître dans un premier temps la distribution de taille des particules des grès.

Le tamisage a été réalisé à partir de 500 g de grès sec afin de séparer les échantillons en plusieurs fractions granulométriques différentes. Les tamis normalisés utilisés ont des mailles carrées 4 mm, 2 mm, 1 mm, 500 μm , 250 μm , 125 μm , 63 μm et 45 μm . Tous les échantillons de sables ont tamisés pendant 20 minutes sur une colonne de tamis dans une machine à secousse de type Retsch fonctionnant avec des tamis dont le diamètre est de 200 mm x 50 mm, les quantités de particules présentes sur les tamis sont pesées par une balance dont la précision est de 0,01 g.

Le tamisage est effectué au niveau de laboratoire de valorisation de ressources minières et environnement, département des Mines, Université Badji Mokhtar, Annaba.

4.2. Analyses chimique et minéralogique

Une étape importante de la caractérisation des matériaux est la détermination de la composition chimique et minéralogique. L'analyse chimique élémentaire donne la teneur en éléments chimiques. En ce qui concerne les analyses minéralogiques, une technique conventionnelle comme la diffraction des rayons X permet d'identifier des phases cristallisées ainsi que de caractériser l'arrangement des réseaux cristallins.

Les méthodes d'analyse pratiquées directement sur les poudres solides gagnent du terrain. Elles permettent de se soustraire à la mise en solution. Les plus anciennes sont la spectrométrie à arc ou à étincelle utilisée surtout pour l'analyse des métaux. D'autres méthodes comme la fluorescence X permettent également de travailler sur des échantillons massifs ou sur poudre. La spectrométrie d'absorption atomique permet également des analyses sur poudres.

4.2.1. Analyse granulo-chimique

L'analyse chimique des fractions granulométriques du grès (analyse granulo-chimique) a pour but de déterminer la répartition des éléments chimiques, et en particulier des impuretés, en fonction de la taille des particules du grès.

L'échantillon initial analysé par méthode calorimétrique et spectrophotométrique. L'appareil utilisé est de type Auto-Analyseur-Technicon Type III, photomètre à flamme et absorption atomique (Annexe B). L'analyse chimique des oxydes (SiO_2 , Fe_2O_3 , Na_2O , MgO , Al_2O_3 , K_2O , P_2O_5 , TiO_2 et MnO) est effectuée au Laboratoire d'Analyse et caractérisation de l'Entreprise de phosphate de Djebel-Onk (Tébessa). D'autres analyses chimiques sont réalisées sur les fractions granulométriques suivantes (> 4 mm), ($- 4 + 2$ mm), ($- 2 + 1$ mm), ($- 1 + 0,5$ mm), ($-0,5 + 0,25$ mm), ($-0,25 + 0,125$ mm), ($0,125 + 0,063$ mm), ($- 0,063 + 0,045$ mm), et ($< 0,045$ mm).

A partir d'un échantillon homogène, une première opération de séchage à 105 °C est réalisée et ensuite broyé manuellement dans un mortier d'agate afin d'obtenir une poudre d'une granulométrie inférieure à 40 µm.



Figure 19. Auto-Analyseur-Technicon Type III (Laboratoire d'Analyse et de Caractérisation, Entreprise de phosphate Djebel Onk – Tébessa)

4.2.2. Diffraction de rayons X

Le principe de cette méthode repose sur l'interaction entre un rayonnement X de longueur d'onde bien définie et la matière. Le rayonnement X résulte du bombardement d'une surface métallique, appelée anticathode, par un faisceau d'électrons produits par une cathode et accéléré par une différence de potentiel. Les rayons X émis par l'anticathode (et donc leur longueur d'onde) sont caractéristiques des atomes qui la constitue. L'interaction de ce rayonnement avec la matière, lors de son absorption, provoque notamment la diffusion des rayons X ; les électrons des atomes excités de l'échantillon vont émettre un rayonnement X de même longueur d'onde que le rayonnement incident. On parle alors de diffraction des rayons X (DRX), pour un solide cristallisé, l'observation d'un rayonnement diffracté est soumise à des conditions géométriques particulières permettant l'existence d'interférences constructives.

Ainsi, pour des plans d'atomes parallèles (hkl) séparés par une distance d_{hkl} (distance inter-réticulaire), ces conditions se traduisent par la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (11)$$

Avec d , équidistance entre les plans cristallographiques [hkl], θ , l'angle de rayon incident, n , l'ordre de la réflexion et λ , la longueur d'onde du rayonnement utilise. Cette relation permet de déterminer les distances inter-réticulaires du solide cristallisé analysé et donc d'identifier les phases cristallines présentes dans un échantillon. Cette technique de caractérisation des phases ne peut donc pas être utilisée pour identifier des phases amorphes, car celles-ci sont dépourvues de structure cristalline.

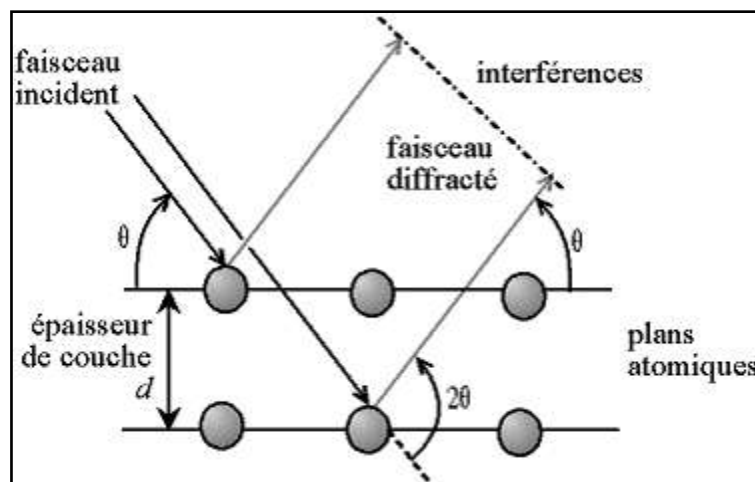


Figure 20. Diffractions des rayons X sur les plans cristallins (Loi de Bragg)

4.2.3. Caractérisation minéralogique de grès

La composition minéralogique est le complément nécessaire à l'analyse chimique : elle permet en effet d'être renseigné sur les phases minérales présentes dans le grès. L'analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée sur un l'échantillon initial, et sur les différentes fractions, nous avons identifié la matrice minéralogique.

L'appareil utilisé pour la diffraction des rayons X est un diffractomètre de poudre marque X' Pert Prof Panalytical type MPD /système vertical θ/θ PDS 4 pass x accélérateur (detector) plate forme (Bracket) (sample-stage) ainsi que en utilisant la raie du cuivre ($\lambda = 1.5405980 \text{ \AA}$). La reconnaissance des phases minérales par diffraction des rayons X est réalisée au laboratoire de

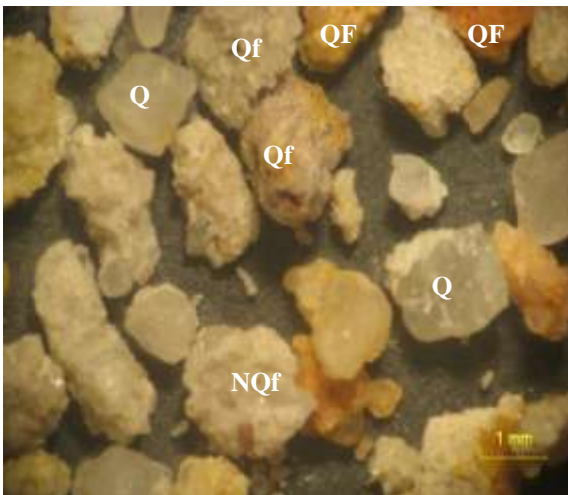
technologie des matériaux et de génie des procédés (LTMGP) de l'université A. Mira de Bejaia (Annexe C).

5. Résultats

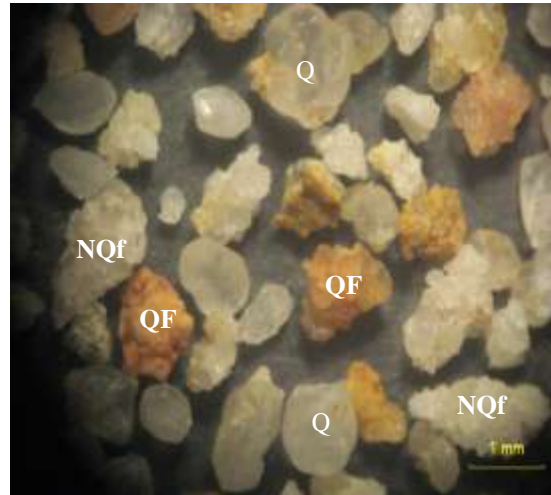
5.1. Observation des fractions granulométriques par microscope optique

Les observations au microscope optique ont été réalisées sur les grès. Les photos caractéristiques de ce sable présentées sur la figure 21.

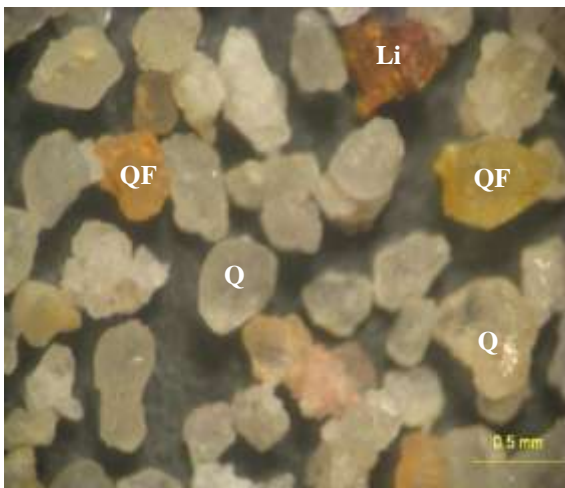
Echantillon 1 : -2 +1 mm



Echantillon 2: -1 + 0.5 mm



Echantillon 3: -0.5 +0.25 mm



Echantillon 4: -0.25 +0.125 mm

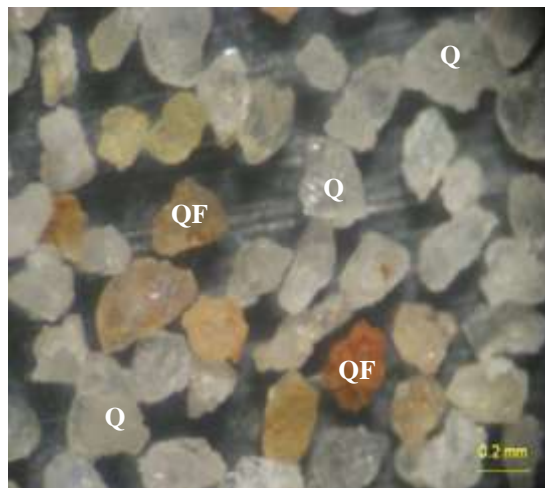


Figure 21. Observations des grains de grès au microscope optique
Q- quartz, Li- Limonite, QF – quartz avec impureté ferrifère, Qf-quartz à ciment feldspathique

L'observation au microscope optique, nous a permis d'identifier et de qualifier les minéraux en évidence selon les points suivants (Bouabdallah et Bounouala, 2014) :

- Le quartz : il apparaît dans une couleur blanche, les grains sont majoritairement cassés mais peuvent aussi être pommelés ou arrondis.

- Les oxydes de fer : ils se présentent soit sous forme de grains indépendants, soit ils enrobent les grains de quartz, soit ils sont sous forme d'inclusions dans le quartz. Ils sont opaques et apparaissent sous une couleur rougeâtre.

- Les analyses de microscopie optique des différentes fractions granulométriques des grès ont montré des caractéristiques de texture très similaires, les grains de quartz se trouvant fréquemment libérés le plus souvent dans les classes de granulométrie inférieure à 0,5 mm.

- Aucune libération des particules minérales n'est visible pour une granulométrie supérieure à 500 μm .

- Pour des particules de taille comprise entre 500 et 250 μm , la libération semble beaucoup plus importante, mais reste incomplet de par la présence de nombreuses particules mixtes.

- Pour des particules de taille comprise entre 250 et 125 μm , la libération des particules minérales est suffisante, néanmoins des traces d'oxyde de fer sont toujours détectées sur les particules de la silice. Par conséquent, il est fort probable que les séparations soient seulement efficaces pour une taille de particules inférieure 500 μm .

5.2. Descriptions des lames minces

L'examen des échantillons des grès d'El-Aouana sous microscope métallographique en lumière transmise a permis d'identifié le minéral : de quartz.

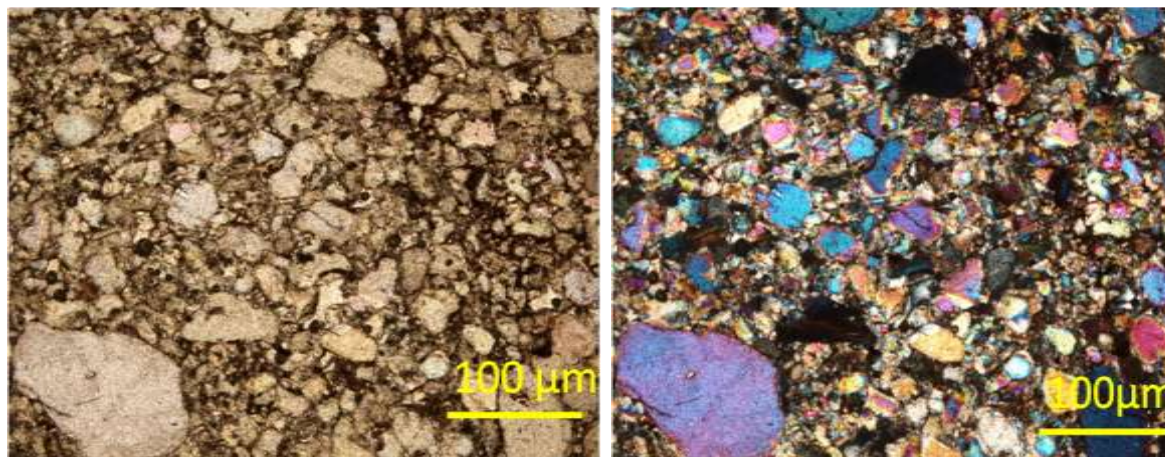


Figure 22. Observations des lames minces de grès au microscope métallographique

5.3. Analyse chimique de la matière première

La composition chimique d'un échantillon de grès utilisé dans cette étude est présentée dans le tableau 10. Les résultats obtenus ont montré que la nature de cette matière première est d'origine siliceuse ($\text{SiO}_2 = 97,2\%$), présentant une faible quantité de marne argileuse, les composés à faible pourcentage tel que Na_2O , MgO , et le K_2O pratiquement sous forme de traces. L'échantillon de grès brut contient des impuretés en oxydes majeurs de l'ordre de $0,6\%$ en Fe_2O_3 et $0,22\%$ en TiO_2 .

Tableau 10. Composition chimique de grès brut

Oxydes	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	TiO_2	SO_3	PAF
Teneur (%)	97,20	1,04	0,617	0,09	0,095	0,257	0,006	0,22	0,02	0,4

5.4. Distribution granulométrique par tamisage

La répartition massique des différentes fractions granulométriques est obtenue par pesée des fractions granulométriques isolées par tamisage, Les

pourcentages massiques obtenus pour chaque fraction granulométrique du grès sont rassemblés dans le tableau 11. En accord avec les observations faites sur la figure 23, le fractionnement en masse montre très clairement que la majeure partie de la masse globale du minerai brut, se concentre dans la fraction (- 0,5 + 0,25 mm) et (-0,25 + 0,125 mm); avec un rendement respectif de 18,78 % et 16 %. Cependant, pour les deux fractions granulométrique grossière (> 4 mm) et (- 4 + 2 mm) représentent une quantité non négligeable de 15,4 % et 18,81 % respectivement en poids du tout-venant ; contrairement dans le cas des fractions fines (< 125 µm), ont enregistré des proportions pondérales nettement moins importantes, en poids du tout- venant.

Il est à noter pour certains échantillons une perte allant jusqu'à plus de 1 % ce qui s'explique d'une part par la perte en poussières en suspension, mais aussi par la perte créée lors du tamisage mécanique, car les tamis n'étaient pas tous bien hermétiques. Malheureusement, cette perte a été observée après tamisage.

Tableau 11. Pourcentage massique des fractions granulométriques de grès concassé à 5 mm

Fractions granulométriques (mm)	Masse (g)	% massique (%)	Rendement cumulé passants, (%)
> 4	77,02	15,4	100
- 4+ 2	94,05	18,81	84,6
- 2+ 1	44,75	08,95	65,79
- 1+ 0,5	56,64	11,33	56,84
- 0,5+ 0,25	93,87	18,78	45,51
- 0,25+ 0,125	79,94	15,99	26,73
- 0,125+ 0,063	34,90	06,98	10,74
- 0,063+ 0,045	06,46	01,29	03,76
< 0,045	12,37	02,47	02,47
Total	500	100	-

5.4.1. Evolution de pourcentage massique

La courbe granulométrique de l'échantillon de grès concassé à 5 mm a été réalisée par tamisage à sec. Elle montre un produit présentant deux populations de particules de tailles respectivement comprises dans des intervalles de 2 à 4 mm, et de 125 à 500 μm , notons que la distribution des particules dans les tranches granulométriques s'explique par un critère irrégulier.

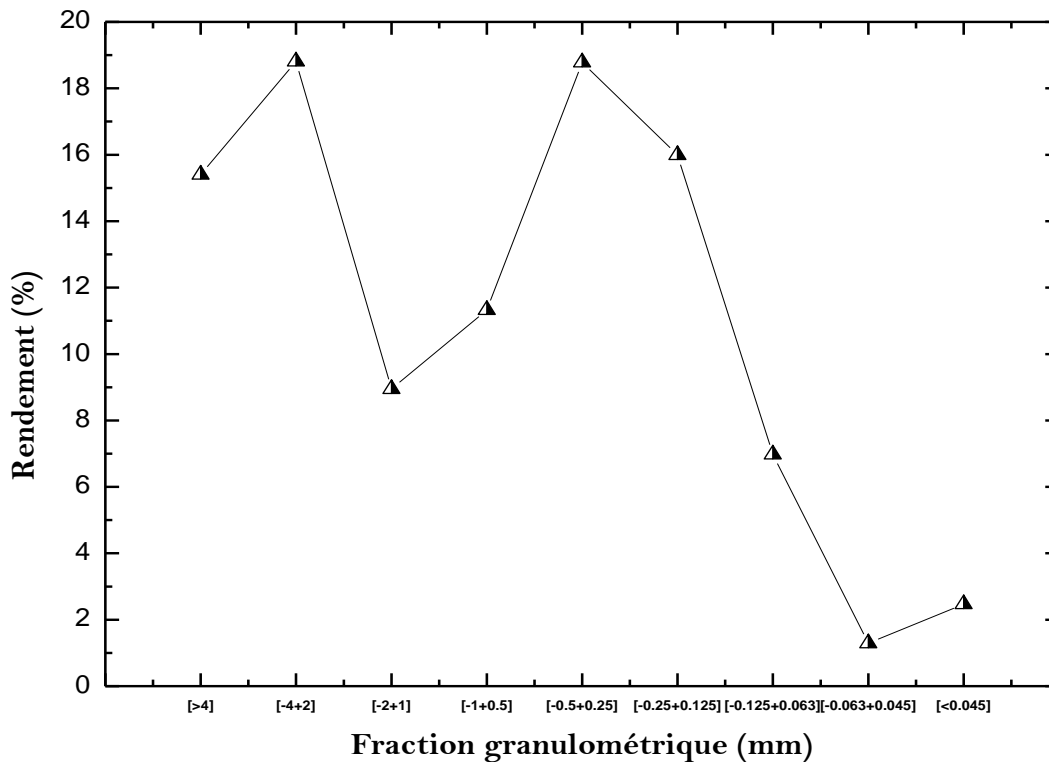


Figure 23. Courbe de la distribution de la taille des particules

5.5. Analyse granulo-chimique du tout-venant

On peut dire qu'en général elle n'est pas indispensable pour l'étude des minéraux aux Rayons-X mais qu'elle s'impose pour l'étude chimique et en particulier pour l'étude des éléments en trace. Cette analyse permet d'identifier que l'oxyde de silice (SiO_2) comme le seul élément majoritaire. Elles identifient également d'autres éléments de pourcentage minoritaire tels que Fe_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2 , MgO , Na_2O et K_2O , ainsi que d'autre en plus infime quantité.

La composition chimique des grès étudiés a été déterminée pour chaque classe de tailles de grains définies dans le tableau 12.

Tableau 12. Résultats des analyses chimiques des fractions de grès d'El – Aouana

Fraction (mm)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MnO	PAF
> 4	93,4	2,09	0,534	0,14	0,110	0,03	0,364	0,012	0,24	0,01	2,92
-4 + 2	96,0	1,36	0,554	0,11	0,093	0,02	0,364	0,012	0,18	0,01	1,27
- 2 + 1	97,1	0,66	0,433	0,05	0,099	0,01	0,364	0,012	0,14	0,01	1,08
- 1 + 0,5	97,8	0,49	0,351	0,07	0,081	0,01	0,350	0,006	0,16	0,01	0,66
- 0,5 + 0,25	98,4	0,26	0,283	0,04	0,080	0,0	0,350	0,006	0,12	0,01	0,43
- 0,25 + 0,125	98,2	0,32	0,374	0,05	0,065	0,0	0,357	0,012	0,11	0,01	0,49
- 0,125 + 0,063	97,6	0,87	0,523	0,04	0,073	0,01	0,350	0,012	0,16	0,01	0,32
- 0,063 + 0,045	95,6	1,66	0,734	0,07	0,093	0,02	0,364	0,018	0,29	0,01	1,09
< 0,045	94,3	3,29	1,209	0,05	0,109	0,02	0,377	0,018	0,38	0,02	0,19

5.5.1. Evolution de la silice

La teneur de la silice peut offrir certaines variations en fonction de taille des grains. Dans notre étude, on a enregistré une légère augmentation de la silice dans les fractions granulométriques -2 + 0,063 mm (figure 24), en effet, sa teneur varie entre 97,1 à 98,4 %, on remarque une parfaite dominance en SiO₂. En ce qui concerne la fraction - 4 + 2 mm et la fraction - 0,063 + 0,045 mm les teneurs en silice sont relativement élevées. Enfin une baisse en teneur de silice variant de 93,4 à 94,3 % dans la fraction > 4 mm et celle inférieure à 0,045 mm.

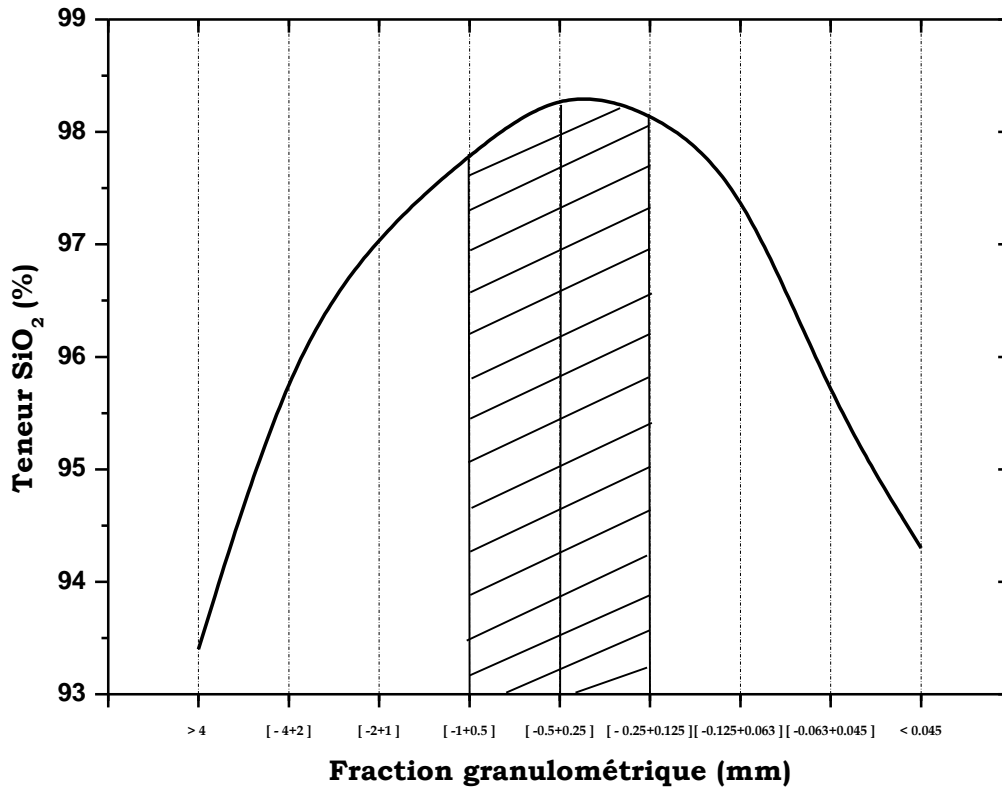


Figure 24. Teneur de silice en fonction de la taille des grains de grès

5.5.2. Evolution de l'oxyde de fer et de titane

L'analyse granulo-chimique révèle que toutes les fractions granulométriques ont des teneurs élevées en oxydes de fer et de titane. La fraction granulométrique inférieure à 0,063 mm concentre la teneur la plus élevée en oxyde de fer (de 0,73 à 1,2 %) contre une teneur en oxyde de titane (de 0,29 à 0,38 %). Des teneurs relativement basses en oxyde de fer comprises entre 0,28 à 0,35 % pour les fractions moyennes. Il en résulte que ces teneurs en oxydes de fer restent très élevées et ne répondent pas aux spécifications demandées dans les différentes applications verriers.

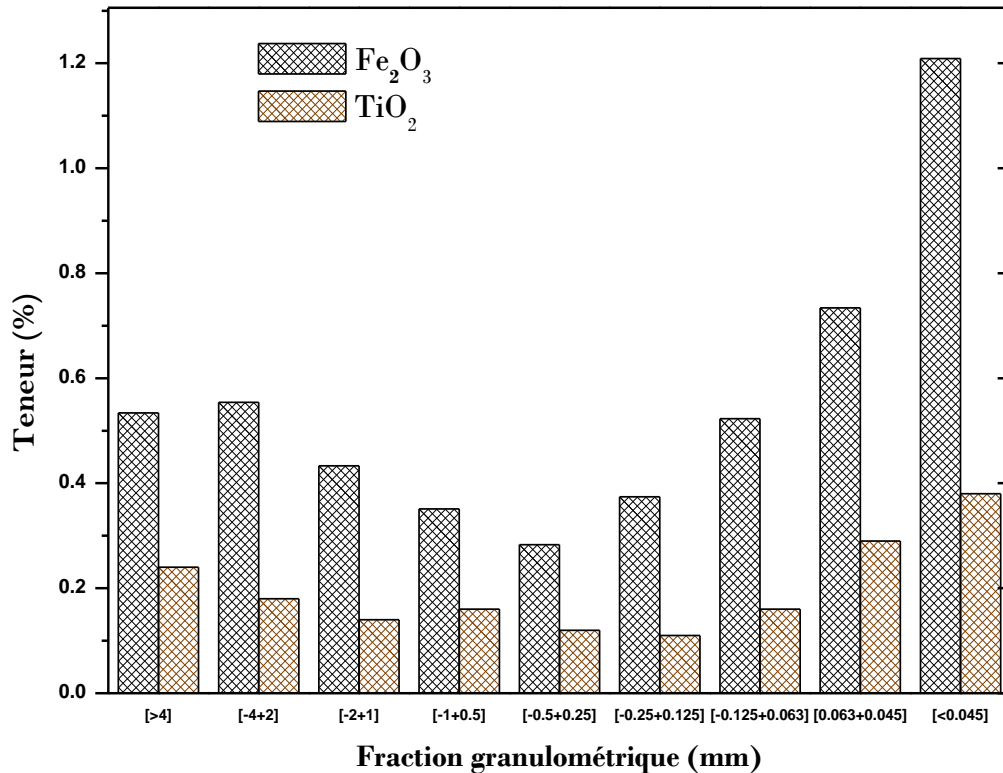


Figure 25. Teneurs en Fe₂O₃ et TiO₂ en fonction de la taille des grains de grès

A partir de cette observation et pour des raisons pratiques, il est intéressant de mettre en valeur ce type de minerai en vue d'un enrichissement préliminaire par des procédés minéralurgiques basés sur la différence des propriétés spécifiques des minéraux utiles et de la gangue.

5.6. Analyses minéralogiques par diffraction des rayons X

Le spectre d'un échantillon de grès illustré par la figure 26, L'analyse de cette figure permet de mettre en évidence que la phase minéralogique observée est majoritairement de quartz. Cependant quelques traces observées, mais on peut considérer que notre échantillon est une phase pure de quartz.

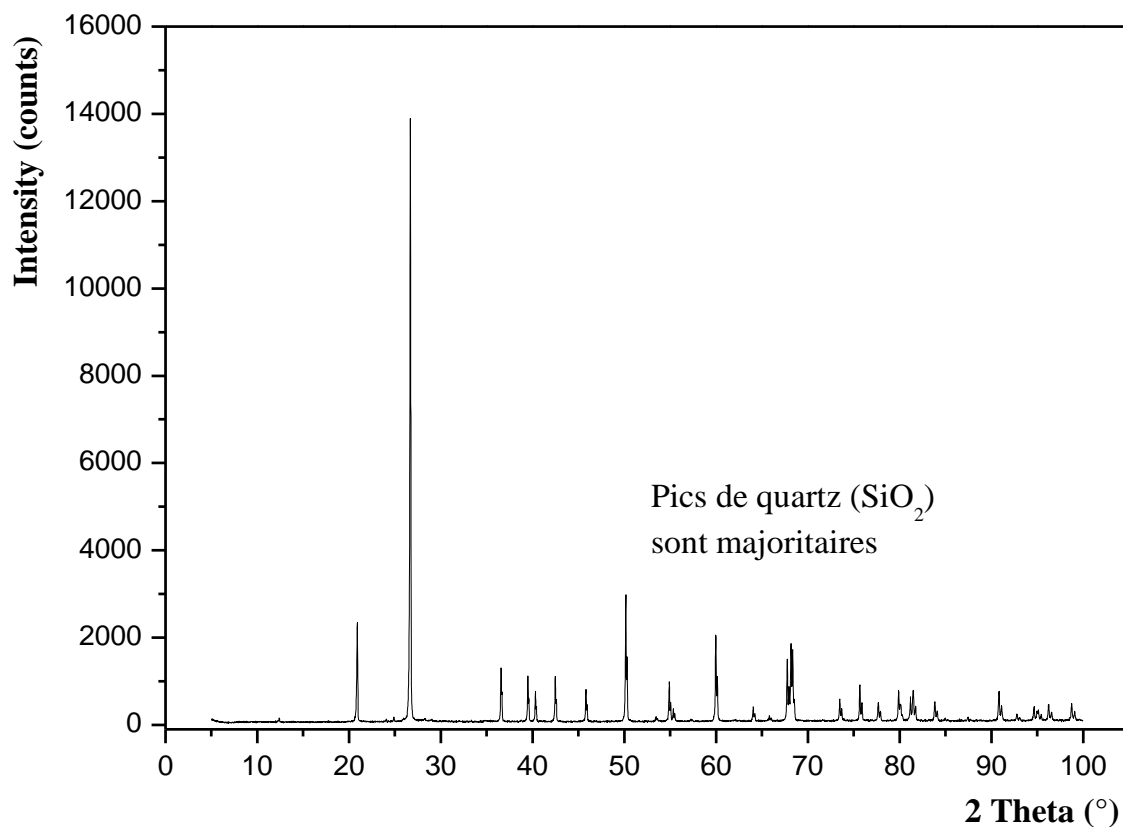


Figure 26. Spectre d'un échantillon du grès brut analyse par DRX

Comme précédemment, nous avons voulu vérifier s'il y avait des variations de compositions minéralogiques selon la fraction granulaire. Les diffractogrammes obtenus sur les différentes fractions sont présentés sur la figure 27. On n'observe pas de variation significative de la constitution minéralogique entre fractions.

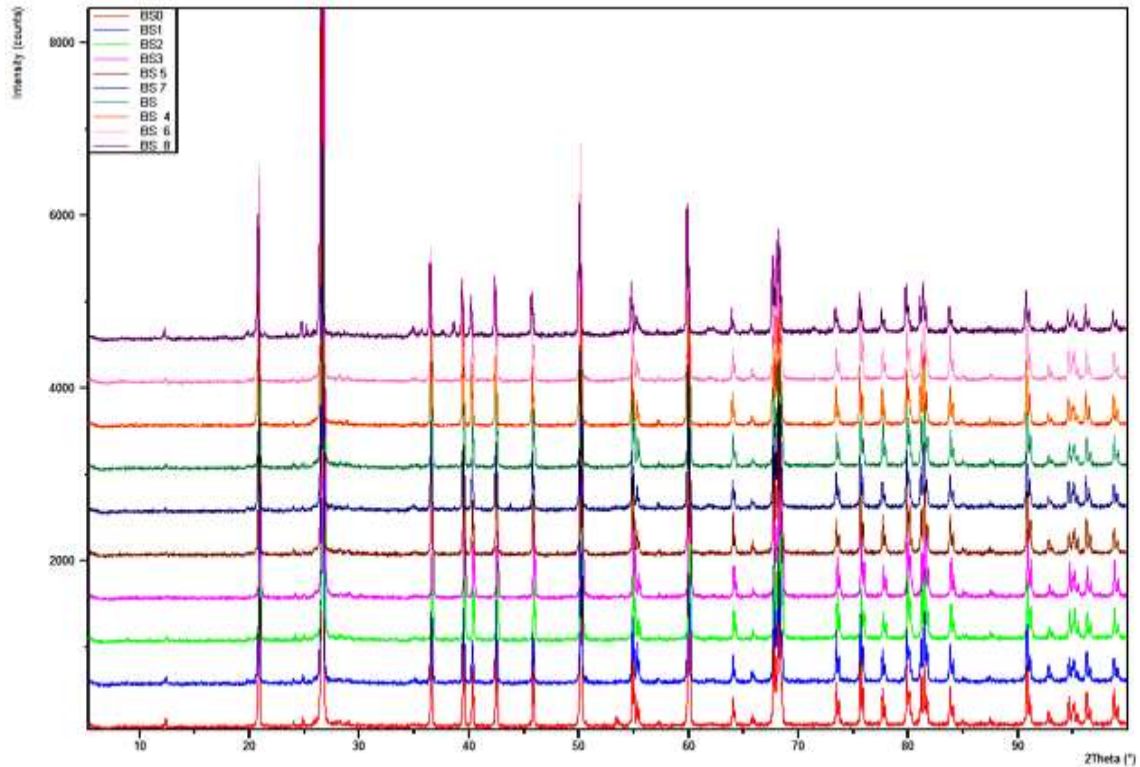


Figure 27. Diagramme de rayons X des différentes fractions des grès

Conclusion

Dans ce chapitre, l'objectif principal était de caractériser la phase solide du sédiment traité par la mise en œuvre d'analyses physico-chimiques, minéralogiques et texturales.

Le grès d'El-Aouana se présente comme un matériau moyen grossier, principalement sableux, essentiellement constitué de quartz. L'analyse chimique a montré une forte teneur en impuretés, essentiellement en oxyde de fer et en oxyde de titane, présents de manière homogène dans les différentes fractions granulométriques avec toutefois une légère augmentation pour la fraction fine.

Les analyses par DRX ont permis d'identifier les principales phases minéralogiques présentes dans les différentes fractions granulométriques de la matrice d'étude. Les analyses minéralogiques ont révélé la présence de quartz.

CHAPITRE 4

TESTS D'ENRICHISSEMENT DE GRES D'EL-AOUANA (JIJEL)

Le présent chapitre fait le point sur la méthodologie employé pour réaliser les différents essais de la thèse. La caractérisation physique et chimique des grès avant et après avoir subit l'étape de broyage y est expliquée en détails. Une description de la méthode de lavage des grès est présentée. De la même façon, les différentes méthodes de séparation physique et chimique utilisées lors des différents essais sont expliquées.

1. Le sable siliceux en Algérie

On trouve en Algérie des gisements importants de matériaux siliceux, notamment dans l'ouest du pays, où ils sont liés aux dépôts de sables éoliens. Ce sont surtout ces gisements qui sont exploités pour la production du verre.

Les gisements algériens de silices sont surtout représentés par les dépôts de sables quaternaires, mais aussi par des matériaux variés: grés quartzeux, quartzites, quartz filoniens, etc.

Dans la partie nord du pays, les réserves géologiques connues sont de plus de 150 Mt de roches siliceuses pures à teneur en silice élevée (> 97 % SiO₂) et plus de 100 Mt de roches siliceuses industrielles à plus de 90 % de SiO₂.

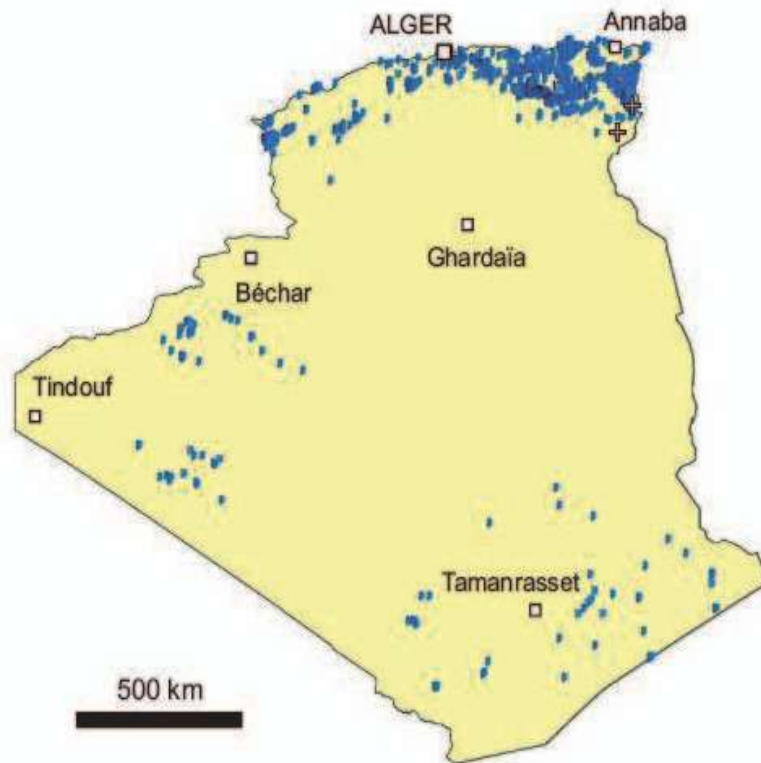


Figure 28. Carte de l'Algérie (réserve géologiques en sable siliceux)

2. Analyse des procédés de preparation et d'enrichissement des grès d'El-Aouana

2.1. Mode d'exploitation et réserves géologiques de grès d'El -Aouana

L'exploitation du gisement de grès d'El-Aouana devra être menée d'une façon sélective de manière à éliminer tous les passages schisteux ainsi que leurs contacts qui sont porteurs de pyrites et responsables des teneurs élevées en fer. Ce type d'exploitation ne sera pas facile à réaliser étant donné le relief topographique défavorable.

La viabilité économique de cette méthode dépend essentiellement de l'épaisseur de la couche de surcharge et du lit de minerai, ainsi que du rendement de récupération de la silice contenue dans le lit de minerai exploité.

Le mode d'exploitation de la carrière se fait a ciel ouvert par deux gradins de 12 m, la réception de blocs de grès de 500 mm de diamètre issu de l'abattage au moyen de l'explosif dont la charge a été calculée précédemment, cette dernière dépend directement de la roche.

Le transport des blocs vers la station de concassage réalisé à l'aide d'un camion de 15 tonnes dont le chargement est effectué par une pelle excavatrice d'un godet de 1,1 m³.

Les réserves géologiques totales de la bande de grès dans l'aire déterminée sont évaluées à 2,49 millions de tonnes, les réserves exploitables sont de 1,47 millions de tonnes, auxquelles il faut ajouter 65 millions de tonnes de stériles qu'il faudra valoriser pour rentabiliser l'exploitation.



Figure 29. Vue générale de la carrière du grès d'El-Aouana (Jijel)

2.2. Description des procédés appliqués pour l'enrichissement du grès d'El-Aouana.

2.2.1. Principes généraux

Les forages ont confirmé la présence de bancs de schiste intercalaires dans le gisement de grès d'El-Aouana. Ces schistes doivent être éliminés, la majeure partie pourra être éliminée par sélections à l'abattage en carrière, mais les schistes adjacents au grès ne pourront être enlevés que par pré-criblage avant le concassage.

Les essais de traitement ont montré que le grès en générale était relativement friable sauf les grès voisins des schistes qui sont plus difficiles à broyer. Nous avons observé que c'est dans ces grès que nous trouvons un enrichissement en fer et les minéraux lourds. Ces minéraux sont fusibles mais cependant elles doivent être éliminées le plus possible afin d'éviter des variations de teinte dans le verre.

Le grès broyé devra subir un traitement mécanique approprié pour libérer ses constituants, éliminer ses impuretés et obtenir une granulométrie acceptable. Notamment les teneurs en inférieur à 80 μm étant relativement élevées (25 % dans un grès broyé à 630 μm), les opérations de lavage-attribution ne doivent pas être sous-estimées.

En raison même de la constitution du gisement, les teneurs chimique des grès d'El-Aouana varient. La méthode d'exploitation permettra de réduire ces variations mais de plus il faut prévoir une homogénéisation en cours de traitement et une homogénéisation du produit fini.

Le traitement de ces grès sera réalisé en deux étapes distinctes et différentes :

- La première étape au niveau de la carrière : Consiste à la préparation mécanique et comprend, le concassage primaire, secondaire et le criblage.

- La deuxième étape au niveau de l'usine : C'est l'étape où s'effectuent le broyage et l'enrichissement du minerai, qui est assuré par voie humide.

2.2.2. Préparation mécanique à la carrière

Cette étape du traitement comprend essentiellement une élimination des schistes par pré-criblage, une fragmentation mécanique, criblage manutention, et une pré-homogénéisation. Le but de cette étape est l'obtention d'un produit exempt de schistes pré-homogénéisé et ayant une granulométrie inférieure à 15 mm.

Un concassage primaire à été faite avec un concasseur à mâchoire simple effet au niveau de la carrière pour la réduction de grosseurs des blocs du tout-venant jusqu'aux une dimension de 60 mm, puis le produit obtenu

subi une notre opération de concassage secondaire par concasseur giratoire avec une ouverture de déchargement de 15 mm, et une séparation granulométrique par un seul crible pour obtenir une granulométrie finale inférieure à 15 mm.

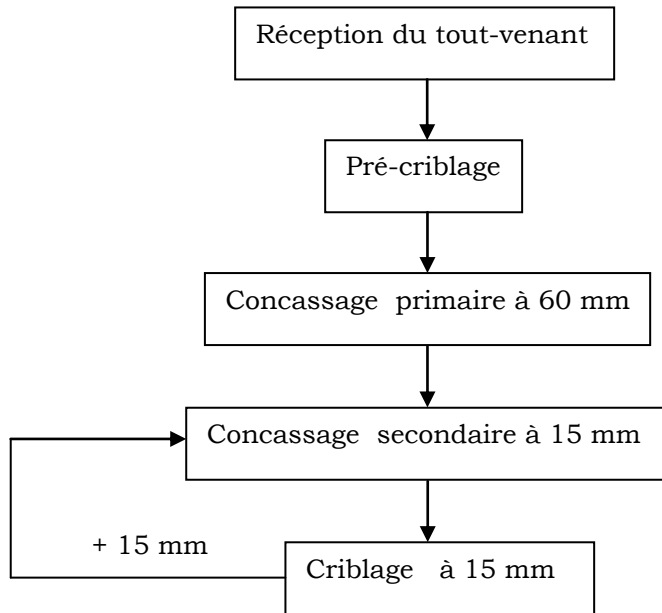


Figure 30. Schéma de principe du traitement de grès d'El-Aouana à la carrière

2.2.3. Unité de traitement Africaver

Du point de vue de l'enrichissement, le grès doit être transformé en sable ne contenant pas de grains de dimensions supérieures à $630 \mu\text{m}$, un broyage à l'aide d'un broyeur à barre pour libérer les grains de silice composant le grès, le produit sortant du broyeur à barres est repris dans une bêche et pompé vers un classement, le produit broyé y subit une classification granulométrique : les particules de dimension supérieure à $630 \mu\text{m}$ sont rejetées par criblage et les particules inférieures à $630 \mu\text{m}$ sont envoyées vers la section classification-attrition. La classification est définie comme la séparation d'un ensemble de particules en fonction de leur taille sur le principe des vitesses terminales de chute différentes.

L'hydrocyclonage est une technique de fractionnement hydrodynamique basée sur la différence de comportement des particules en fonction de leur taille, sous l'effet des forces centrifuges et de l'entraînement au sein d'un tourbillon d'eau. Cette technique permet, selon la géométrie de l'hydrocyclone (diamètre interne principalement) et les conditions opératoires, des coupures

comprises entre quelques dixièmes de millimètres et quelques microns, séparant une fraction grossière de sable appelée sousverse ou, d'une fraction fine d'argile et une pellicule d'oxyde de fer appelée surverse.

Le diamètre de coupure est fonction principalement du diamètre de l'hydrocyclone et de la pression d'alimentation, à cette base le passant (0 à 630 μm) du crible est récupéré dans une bêche et pompé vers les deux hydrocyclones positionnés en parallèles pour réaliser la coupure à 100 μm , la surverse inférieure à 100 μm est envoyée vers le bassin de décantation et clarification des eaux pour objet de récupérer l'eau, ou la sousverse (- 630 + 100 μm) est dirigée vers un classificateur à vis pour y être éliminé de particule organique et argileuses. Le même classificateur alimente une cellule d'attrition, cette opération est destinée au nettoyage des particules de quartz qui sont frottés énergiquement les uns contre les autres. De cette façon, le produit attritionné une première fois est alors repris dans un classificateur à vis, ce classificateur alimente une seconde d'attrition à double cellule. Le produit sortant de la cellule d'attrition évacuée directement vers un hydrocyclone, les fines argileux sont mis en suspension et éliminés par la surverse et la sousverse (silice) est déversée dans un système de répartition qui d'alimenter simultanément 16 tables à secousses en parallèles pour rejeter les minéraux lourds et 3 tables vont permettre de recycler le mixte de 16 tables à secousses. L'alimentation est assurée par le système de distributeur assurant la régularité du débit vers chaque table. Le sable épuré est remis en pulpe et va subir un essorage et un séchage.

Les eaux de lavages sont collectées et décantées dans l'épaississeur. L'eau claire est recyclée par l'intermédiaire d'une pompe tandis que les boues épaissies sont envoyées dans des bassins de décantations.

La silice traitée sera conduite vers un disque essoreur sur lequel on a ajouté un séchage à la vapeur pour abaisser l'humidité à un niveau acceptable de l'ordre de 3 %, la vapeur nécessaire au séchage est produite dans une chaudière alimentée avec de l'eau traitée dans l'unité, la vapeur est injectée sur le filtre à travers d'une hotte. Cette opération est également très importante dans le traitement par voie humide. Le sable séché sera stocké dans le hangar d'homogénéisation sous forme de deux tas en parallèles.

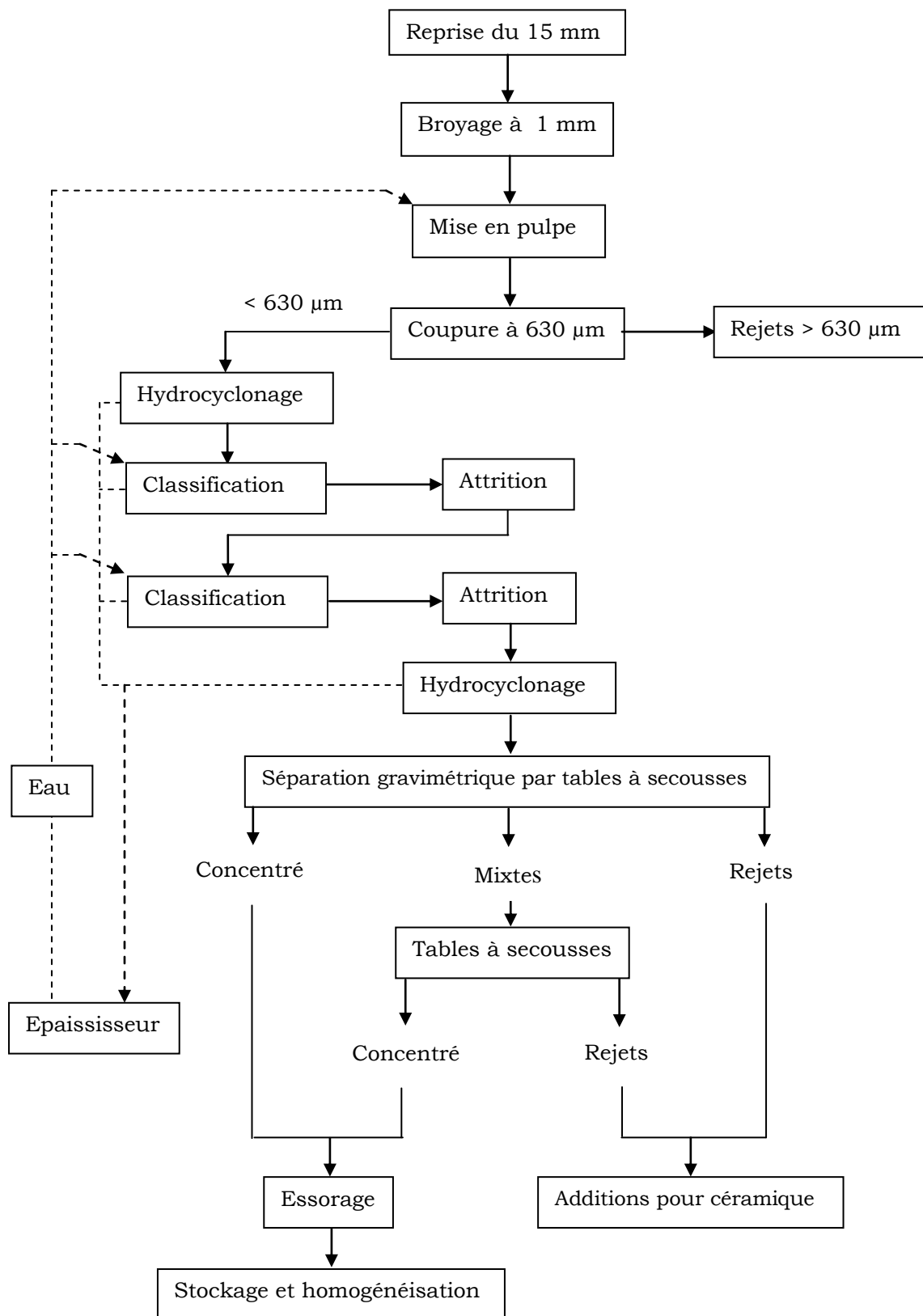


Figure 31. Schéma technologique d'enrichissement des grès d'El -Aouana

3. Essais expérimentaux

Bien évidemment, la mise en œuvre d'une technique d'enrichissement impose au préalable, une mise en condition du minerai par différentes opérations de préparation et de classification granulométrique adaptée aux dimensions des grains pour un enrichissement efficace, et le nombre d'opérations ou leur disposition sera précisée au cours des essais expérimentaux.

3.1. Choix de la fraction

Au point de vue granulométrique, il faut qu'il existe une relation entre la taille d'une particule et sa teneur en minéral, lorsque des particules sont constituées d'un assemblage de plusieurs espèces minérales, on parle alors de mixtes minéralogiques. La quantité relative de ces mixtes détermine fortement l'efficacité de la séparation et le choix de la méthode à utiliser. Donc, on a évidemment avantage à travailler aux granulométries les plus fines possible pour obtenir le meilleur degré de libération des minéraux et réduire la quantité de grains mixtes. Il faut également serrer au mieux cette granulométrie pour obtenir de bons résultats au séparateur magnétique. Par contre, plus la granulométrie est fine, plus le temps de broyage et de tamisage s'allonge et plus la séparation chimique et surtout au séparateur magnétique deviennent difficiles si pas impossibles en dessous de 100 μm . Pour le grès d'El-Aouana, une libération est observable pour des particules de taille comprise entre 250 et 500 μm relativement reste incomplet, les meilleurs résultats de la libération des particules sont obtenus à des granulométries entre 125 et 250 μm .

3.2. Tamisage préalable

Lors de la séparation magnétique et chimique, la fraction sableuse la plus grossière se séparait difficilement et empruntait une trajectoire non voulue sur le séparateur pour se retrouver dans le concentré. Cette fraction grossière se situait entre 250 et 2000 μm de diamètre. Un tamisage préalable a alors été produit à fin de séparer cette fraction grossière problématique du concentré.

3.3. Méthodes de préparation des échantillons

3.3.1. Mode de broyage

La vitesse de rotation est réglée de manière à obtenir une marche en cataracte. Elle correspond à la vitesse à partir de laquelle les boulets restent en permanence plaqués contre la paroi de la chambre de broyage sous l'effet de la force centrifuge. Elle est déterminée à partir de l'équation suivante :

$$V_c = \frac{42,3}{\sqrt{D_e}} \quad (12)$$

Où V_c est la vitesse critique de broyage en tr.min^{-1} .

et D_e le diamètre externe de la chambre de broyage en m.

Lors de la rotation de la chambre, la force centrifuge plaque les corps broyant contre la paroi. Ceux-ci sont alors entraînés jusqu'à une certaine hauteur puis retombent. Le matériau se retrouve emprisonné entre les boulets et la paroi. La réduction de la taille est due à une combinaison de contraintes de compression, cisaillement et d'impact.

Une vitesse trop grande fait que les boulets restent collés sur les parois sans agir sur la poudre et fait croître la température du tambour, avec les effets négatifs sur le produit final.

Le temps de broyage est un autre paramètre important pour réduction des dimensions du matériau, en petits fragments ou en poudre, la variation du temps de broyage limiter au cours des expériences.

3.3.2. Les conditions optimales de broyage

Les dimensions des minéraux qui forment le grès déterminent la maille de libération, c'est-à-dire la dimension à laquelle il faut broyer le tout-venant.

- Il fallait tout d'abord établir pour quelle dimension de grain on atteint une libération complète ou presque complète du minéral intéressant, de façon à se placer dans des conditions optimales d'enrichissement.

-Ensuite, il convenait de déterminer la limite supérieure de broyage pour laquelle le minerai peut encore séparé, afin de pousser éventuellement la réduction granulométrique au-dessous de cette limite supérieure.

-L'utilisation de boulets de différentes tailles permet de toucher et de fragmenter toutes les tailles de particules. En effet, pour chaque taille de particule, il existe une taille optimale de boulets. Ainsi, l'utilisation de boulets de différents diamètres permettra de rester dans les conditions optimales de broyage quelle que soit la largeur de la distribution granulométrique des particules dans la chambre de broyage.

3.3.3. Broyage des échantillons de grès

Après avoir connu la dynamique des grains par concassage, un échantillon représentatif a été soumis à un broyage. La réduction de la taille des grains par broyage permet de déterminer la maille de libération optimale de la silice par rapport à la gangue (oxyde de fer), et en augmentant la surface de contact matériau-solution, d'augmenter la cinétique des réactions d'altération et donc de réduire les temps des essais. Pour la préparation des échantillons, nous avons utilisé un broyeur à boulet et des tamis.

Le broyage des différentes fractions > 250 mm s'est effectué en voie sèche dans un broyeur à boulets de laboratoire, à cet effet une variation du temps de broyage est réalisée pendant 5, 10, 15 et 20 minutes. D'après l'analyse bibliographique, plusieurs travaux sur le sable siliceux sont réalisés particulièrement sur la fraction granulométrique (-250+125 μm) pour l'élaboration du verre.

3.3.4. Analyse par tamisage des échantillons broyés

Une fois l'échantillon broyé, un tamisage a été effectué pour évaluer l'efficacité du broyage. La technologie de classification des particules de grès selon leur granulométrie à été effectuée par tamisage, cette classification est importante pour éliminé les particules fines < 125 μm , car incompatibles avec les procédés de traitement.

Un circuit fermé de broyage pour la fraction $> 250 \mu\text{m}$ permettrait de réduire encore les particules des grès car n'étaient pas tous bien libérés, cette possibilité est économiquement réalisable.

3.4. Déschlammage des échantillons.

3.4.1. But de l'essai

Cet essai a été réalisé sur des particules passant au tamis de $250 \mu\text{m}$, l'essai d'une part, pour nettoyer la surface des particules de sable et d'autre part faciliter le traitement ultérieur par les procédés d'enrichissement. Don, en exprimant un rapport conventionnel volumétrique entre les éléments dits sableux et les plus fins (argiles).

3.4.2. Procédure

Dans la première étape du processus de lavage du sable, la fraction inférieure à $250 \mu\text{m}$ est chargée sur un crible de $125 \mu\text{m}$ permettant de nettoyer la surface de silice et enlève des particules fines $< 125 \mu\text{m}$, puis suivit d'une opération de séchage du produit à 105°C .

La quantité des concentrés récupérés approximativement de 95 % de la matière de l'alimentation. Ce pourcentage varie évidemment en fonction de la quantité d'impuretés.

4. Essais de séparation magnétique à haute intensité

L'étude des paramètres variables dépendant du procédé de séparation magnétique est complexe. Cependant, l'enrichissement par cette méthode consiste à séparer des fractions sur le comportement magnétique des particules des inclusions ferrifères contenues dans la matière première gréseuse. Ces techniques de tri réalisent une séparation en appliquant aux particules une force magnétique qui est fonction du volume et de la susceptibilité magnétique de chaque particule. Cette force est proportionnelle au produit de l'intensité du champ magnétique et du gradient de ce champ. Donc, il consiste à séparer après broyage, les fractions magnétiques d'oxyde de fer par rapport du quartz sous l'action d'un champ magnétique intense. Ainsi l'efficacité d'une séparation magnétique dépendra probablement des

caractéristiques naturelles de la matière première ainsi que du type de séparateur magnétique utilisé.

Afin de mieux cerner l'aspect quantitatif et qualitatif de la matière, des essais d'enrichissement par séparation magnétique à haute intensité ont été réalisés sur des échantillons lavés de 100 g chacun et d'une granulométrie de taille moyenne de 185 μm . les échantillons testés sont soumis à une variation de l'intensité du courant électrique de 3 à 15 Ampère.

Dans ce travail de recherche, l'appareillage utilisé est un séparateur magnétique à haute intensité de laboratoire travaillant en voie sèche est composé de trois bobines entourant l'électroaimant muni d'un rotor cannelé tournant entre les pièces polaires d'un circuit magnétique. Les pôles magnétiques ou pièces polaires, entre lesquelles tourne le rotor sont soumis à une induction magnétique. L'alimentation du minerai est effectuée par trémie et à l'aide d'un alimentateur vibrant la matière minérale est séparée par le rotor magnétique. Les particules magnétiques adhèrent au rotor sous l'influence de la force magnétique et sont portées par la rotation dans une zone de champ magnétique faible où sont décollées par une brosse. Les principaux paramètres du séparateur magnétique sont la densité du flux magnétique qui varie de 1, 2 à 2 Tesla, la granulométrie doit être inférieure à 1 mm et la vitesse de rotation de 60 t/min (Bouabdallah et al., 2015 a).

Les échantillons d'une granulométrie de $-250 + 125 \mu\text{m}$ soumis à des tests de séparation magnétique sont réalisés au niveau du laboratoire de valorisation des ressources minières et environnement, département des Mines, Université Badji Mokhtar, Annaba.

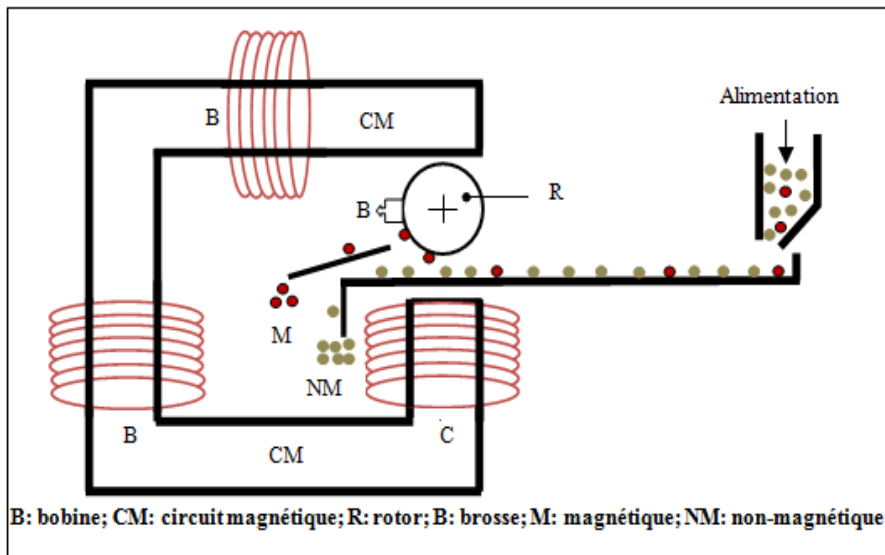


Figure 32. Séparateur magnétique à champ intense (SMHI) de laboratoire

5. Procédé de lixiviation et les raisons justifiant l'attaque chimique des inclusions nocives

Sur le plan économique, la séparation magnétique paraît avantageuse : moins coûteuse, loin des besoins importants en eau et des risques environnementaux, mais techniquement, les résultats attendus ne peuvent pas répondre aux objectifs recherchés en matière de qualité pour la fabrication de verre. A cet effet, il serait souhaitable d'appliquer un procédé d'enrichissement plus sélectif et efficace qui permet d'améliorer le teneur en silice avec peu d'impuretés. Dans la même optique, on peut citer parmi ces procédés l'attaque chimique ou lixiviation en milieu acide par l'acide sulfurique ou chlorhydrique (Tuncuk and Akcil, 2014).

5.1. Définition et objectif de la lixiviation

Dans cette étude nous définissons la lixiviation comme un entraînement d'éléments solubles dans une solution aqueuse. Le lessivage, c'est à dire l'entraînement par l'eau de particules du sable, peut s'ajouter à la lixiviation.

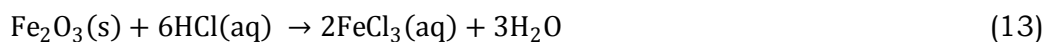
L'objectif des manipulations de lixiviation est d'étudier l'influence que peuvent avoir certains paramètres (concentration en acide, rapport solide/liquide, temps de réaction, vitesse d'agitation et température) sur le déroulement du processus de dissolution d'impureté et de définir les

paramètres optimaux permettant, à la fois, une dissolution maximale de l'oxyde de fer.

5.2. Méthodologie

La première étape de purification revient à dissoudre tous les minéraux à l'exception du quartz, la solution d'acide chlorhydrique à 37 % a été utilisée pour préparer des solutions de lessivage avec différentes concentrations, de 1 mol/l, 2 mol/l, 3 mol/l, 4 mol/l et 5 mol/l de HCl dans un volume de 200 ml. L'essai est effectué à une température ambiante (25 ± 2 °C), l'essai se pratique sur 25 g avec un rapport solide-liquide de 12,5.

La suspension était agitée pendant 1 heure pour augmenter l'efficacité de l'attaque par acide et puis laissé reposer pendant 24 et 48 heures. Sous l'effet de la dissolution des composants métalliques principalement Fe_2O_3 dans la solution, la réaction chimique prend la forme suivante :



Finalement dans les conditions des essais (quantités selon les concentrations en acide chlorhydrique - voir tableau 13)

Tableau 13. Rapports solide/liquide pour les diverses concentrations en acide chlorhydrique

Concentration en HCl (mol/l)	Temps (h)	Température (°C)	Rapport solide/liquide
1	24 et 48	25	12,5
2			
3			
4			
5			

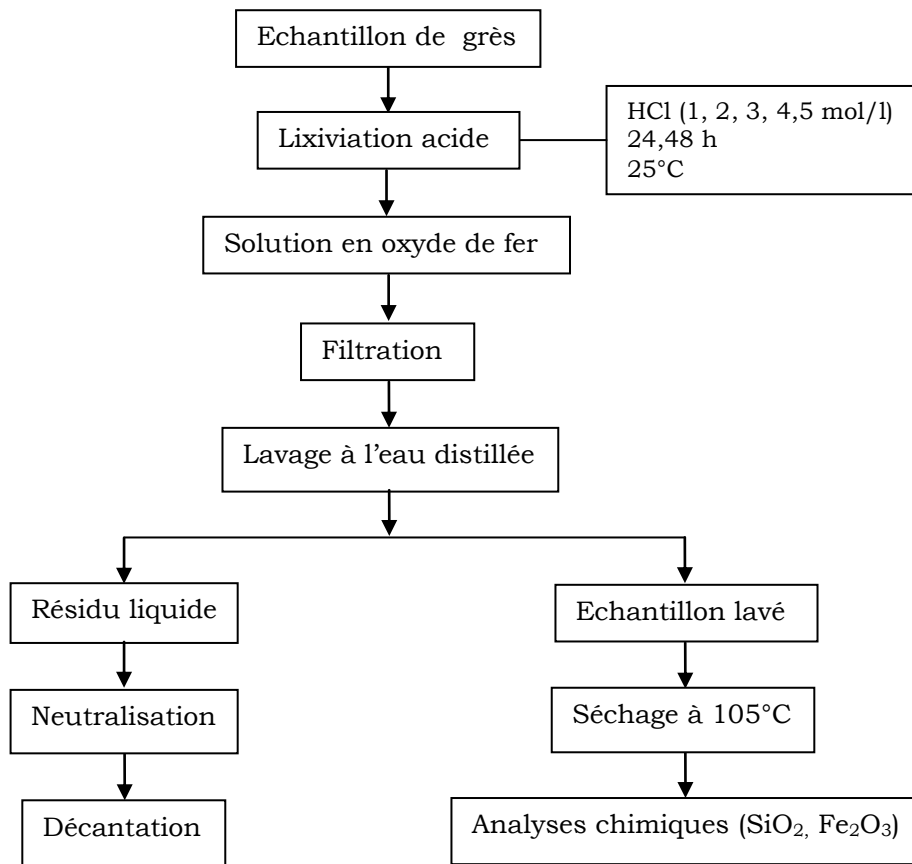


Figure 33. Méthodologie appliquée pour la lixiviation du sable à température ambiante

En deuxième partie, on a essayé d'optimiser les paramètres de lessivage pour atteindre pourcentage élevé d'élimination d'oxyde de fer à partir de sable de silice. La température du milieu est un paramètre très important dans ce procédé, car elle exerce une influence considérable sur le taux d'élimination du fer (Huang et al., 2013).

D'après notre étude expérimentale, les températures utilisées au cours de la phase d'essai varient de 40 à 90 °C avec un intervalle de température de 25°C entre chaque milieu.

Le rapport solide/liquide utilisé est le même que celui de la première phase d'attaque chimique pour un échantillon de 25 g. La concentration de l'acide chlorhydrique a été fixée à 3 mol/l.

On agite la suspension pendant 20 min. Après, cette dernière est chauffée à diverses températures de 40, 65, et 90 °C durant 30 ,60 ,90 ,120 et 150 min.

Les échantillons obtenus sont lavés soigneusement par l'eau distillée pour éliminer tout acide, séchés à 105°C. Après chaque essai, une analyse chimique de silice a été effectuée par spectroscopie d'absorption atomique de flamme en utilisant un spectrophotomètre et d'absorption atomique.

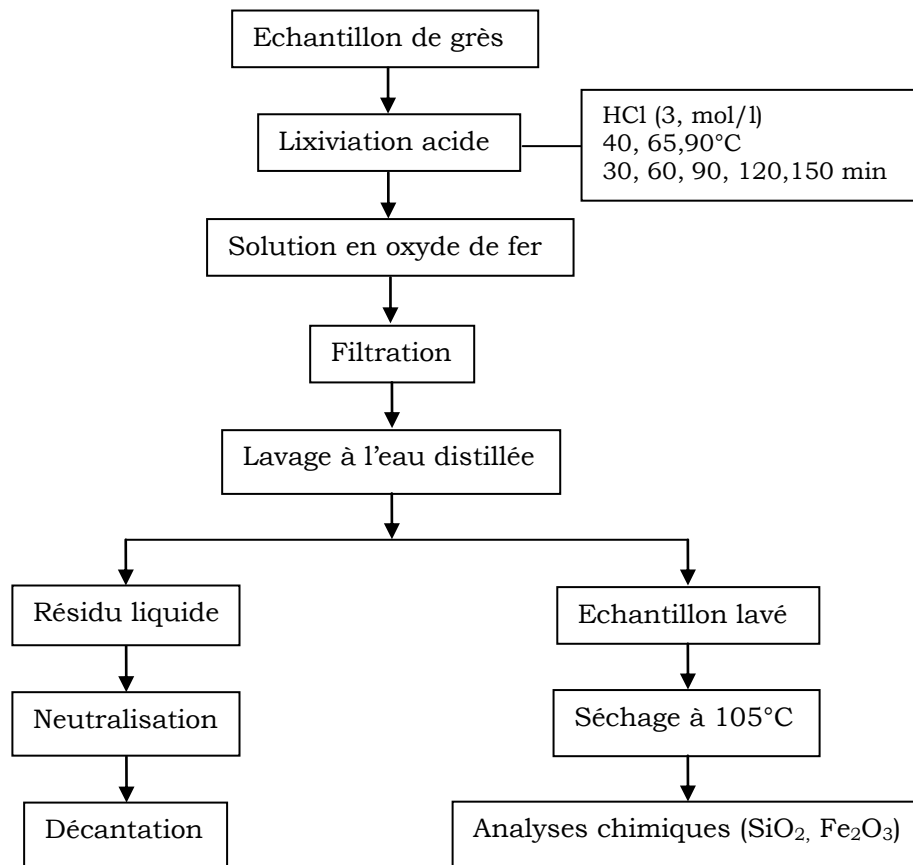
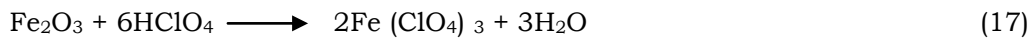
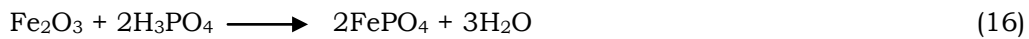
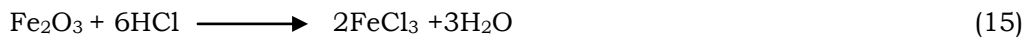
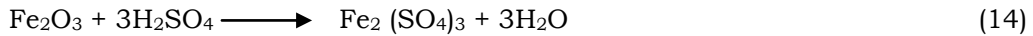


Figure 34.Méthodologie appliquée pour la lixiviation du sable à différentes températures

5.3. Risques de drainage minier acide

La réaction de l'attaque chimique est basée sur la capacité de l'acide pour dissoudre les oxydes de fer. Donc, il est nécessaire de connaître les réactions chimiques lors de l'élimination d'oxyde de fer par attaque à H₂SO₄, HCl, H₃PO₄ et enfin HClO₄ (Tuncuk and Akcil, 2014).



Ce phénomène connu sous le nom de Drainage Minier Acide (DMA) peut être à l'origine de pollution et de déséquilibre écologiques sévères et irréversibles.

Dans notre cas de traitement de sable par l'acide chlorhydrique, les rejets de concentration contenant des minéraux métalliques présentent une grande instabilité chimique. Exposé à l'eau, ils subissent diverses réactions générant de l'acide chlorhydrique, permettant la solubilisation des éléments métalliques.

5.3. 1. Traitement des effluents acides

Le risque environnemental provenant des effluents liquides est déterminant. Donc, le potentiel acide est important du fait de la lixiviation des impuretés de fer et de titane par l'acide chlorhydrique. Pour contrer ce phénomène nuisant à l'environnement, la méthode active repose sur la base qui consiste à traiter les eaux acides par l'ajout d'un réactif alcalin pour neutraliser l'acide. Ce procédé est le plus couramment utilisé dans le secteur minier.

La chaux hydratée est le principal réactif utilisé. La chaux vive CaO, une fois en contact avec l'eau, passe à l'état éteinte sous forme Ca(OH)₂, il s'agit d'une base très forte qui ramène à la neutralité le pH fortement acide, c'est une réaction de neutralisation. Après la phase de neutralisation au niveau du bassin l'eau épurée est relâchée systématiquement vers un caniveau menant vers les eaux de l'assainissement de la région.

6. Résultats expérimentaux

6.1. Etude de la broyabilité du grès

La broyabilité exprime la variation de la granulométrie en fonction du temps de broyage, elle est établit dans le but de déterminer le temps

nécessaire au broyage du minerai afin d'obtenir une granulométrie compatible avec les performances escomptées lors de la séparation magnétique et l'attaque chimique.

Les résultats de l'étude de broyabilité des échantillons des grès sont présentés graphiquement dans la figure 35.

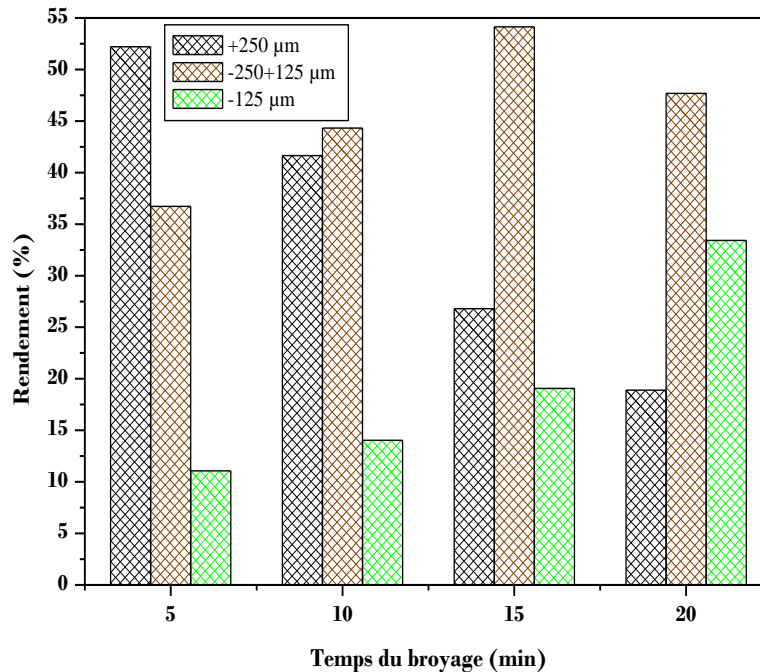


Figure 35. Cinétique de broyage sur le rendement massique

Lors du broyage du grès en fonction de la variation du temps, on remarque ce qui suit :

Dans la fraction granulométrique ($> 250 \mu\text{m}$), le pourcentage massique régresse jusqu'à l'ordre d'une valeur de 19 %. Au contraire pour le cas de la fraction ($< 125 \mu\text{m}$), le rendement en masse évolue en fonction du temps de broyage ;

D'après la figure 35, on constate que la libération des minéraux valorisables à une granulométrie désirée est atteinte en un temps optimal de 15 minutes avec un pourcentage massique de 55 %. En passant d'un temps de broyage de 20 minutes, on remarque que le rendement des particules fines pratiquement doublé, cependant la récupération de la fraction désirée ne dépasse pas 45 %.

6.2. Analyse chimique de l'échantillon lavé

Le produit résultant de lavage contient considérablement moins d'impureté d'argile, produisant ainsi un sable de silice de pureté de 98,15 % en SiO₂, la teneur en oxyde de fer a été réduite de 0,6 à 0,28 %, tandis que la teneur en Al₂O₃ a chuté de 1,04 à 0,12 %.

Tableau 14. Résultats d'analyse chimique d'échantillon lavé

Elément	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	PAF
Teneur (%)	98,15	0,12	0,28	0,08	0,1	0,24	0,06	0,13	0,02	0,44

6.3. Séparation magnétique à haute intensité des inclusions ferrifères

L'influence de champ magnétique est utilisée comme facteur important dans ce procédé. La séparation magnétique des sables siliceux à l'échelle du laboratoire a été étudiée par plusieurs auteurs (Kheloufi et al., 2013, Sundararajan et al., 2009) suite à l'influence de l'intensité de champ magnétique et de la taille des grains pour réduire le taux d'oxyde de fer. On remarque qu'après enrichissement de notre minerai, une amélioration considérable des teneurs en SiO₂, soit un passage de 98,81 à 99,02 % contre 98 % dans le minerai lavé (tableau 15).

Tableau 15. Résultats d'analyses chimiques des échantillons traités par séparation magnétique

Intensité (A)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MnO	PAF
3	98,81	0,11	0,26	0,05	<0,05	0,16	0,05	0,12	<0,02	0,37
6	98,86	0,12	0,21	0,05	<0,05	0,15	0,05	0,11	<0,02	0,38
9	98,92	0,1	0,17	0,06	<0,05	0,16	0,09	0,08	<0,02	0,35
12	98,98	0,1	0,12	0,06	<0,05	0,16	0,09	0,07	<0,02	0,35
15	99,02	0,1	0,1	0,06	<0,05	0,15	0,09	0,07	<0,02	0,34

Lorsque l'échantillon est soumis à des intensités de champ croissantes, on constate que la teneur en impureté de fer diminue de 0,28 à 0,1 %, soit un écart de 0,18 %. Quant à la teneur en TiO_2 , elle régresse de 0,13 à 0,07 %. La teneur en impuretés est donc restée relativement élevée.

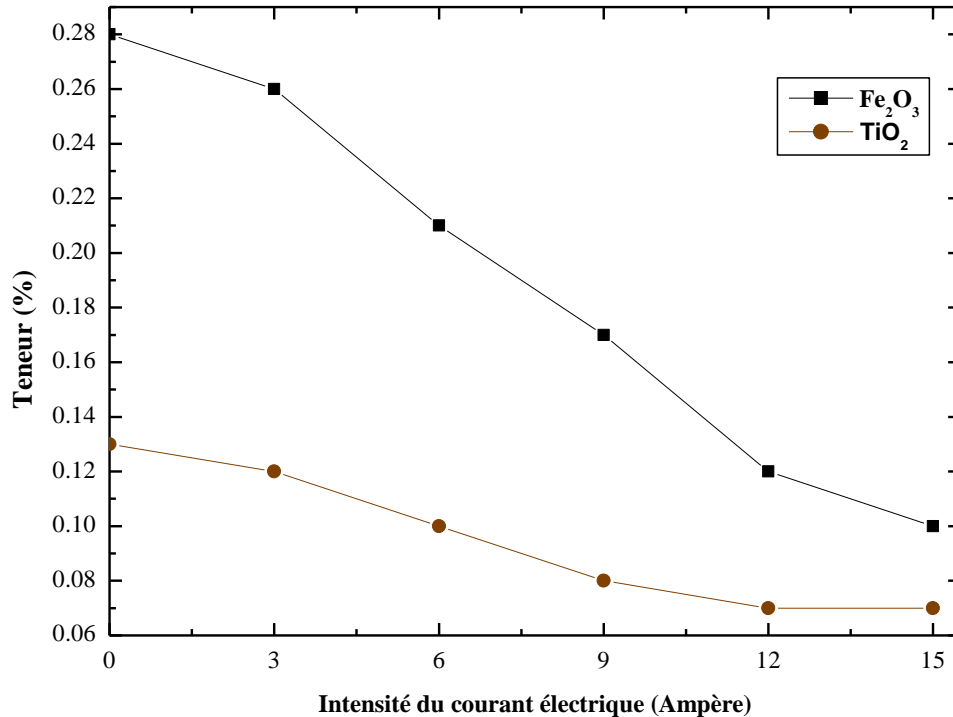


Figure 36. Effet de l'intensité du courant électrique sur la séparation magnétique à haute intensité (SMHI)

6.4. Attaque chimique des échantillons

Lorsque la lixiviation est menée avec une concentration 1mol/l, une légère baisse à 0,22 % du Fe_2O_3 est remarqué et la concentration de 2 mol/l a donne presque le même résultat. Cependant, avec une concentration en HCl de 3 mol/l une diminution de façon stable soit de 0,12 et 0,1 % de Fe_2O_3 . L'efficacité d'élimination de l'oxyde de fer a été observée a atteint 0,09 % au cours des premières 24 heures, suivie d'une élimination relativement maximum de 0,06 % après 48 heures de 4 mol/l. Une amélioration significative est attestée par l'augmentation de la concentration de HCl à 5 mol/l; il a été observé une élimination plus lente relativement de 0,08 % dans une durée de 24 heures, l'élimination maximale de l'oxyde de fer après 48 heures a été ramené de 0,28 à 0,04 % et le résultat obtenu en teneur de silice a atteint une valeur qui dépasse 99 % (Bouabdallah et al., 2015 a).

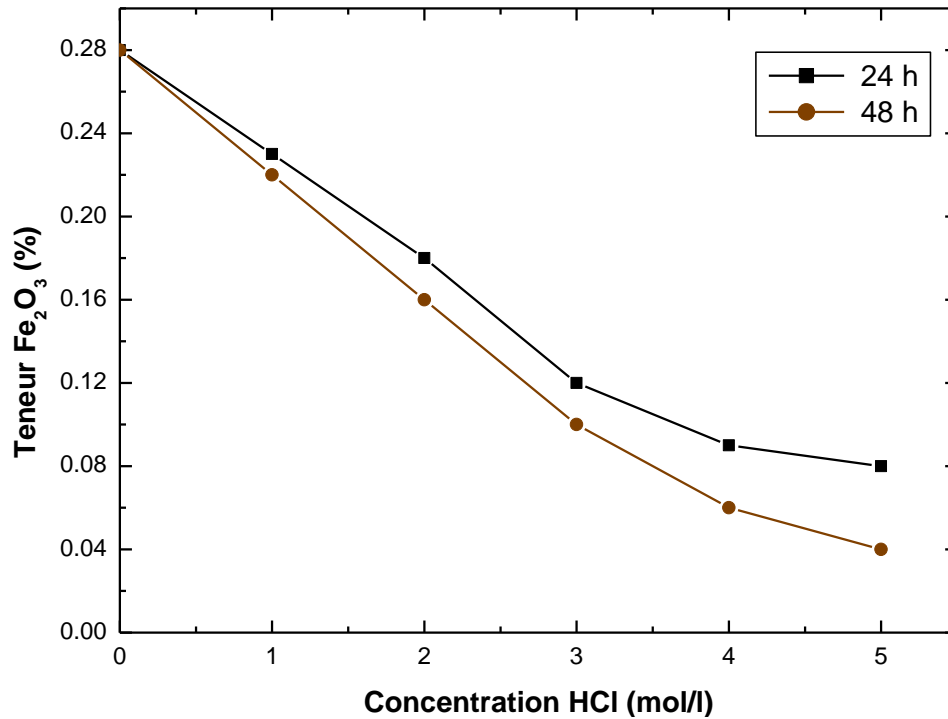


Figure 37. Lixiviation du fer à partir de sable à différentes concentrations de l'acide chlorhydrique (25 ° C)

6.4.1. Effet des températures de réaction

Les effets de la température sur l'élimination des impuretés de fer ont été étudiés dans la plage de température variée entre 40 à 90 ° C et sont présentés dans la figure 38. La lixiviation avec des températures de 40 à 65 ° C réduit la teneur en fer de 0,28 à 0,12 % et 0,1 % respectivement. Toutefois, à la température la plus élevée à 90 ° C, les résultats considérables obtenus avec une teneur en fer réduit à 0,01 % pour la même durée de 150 minutes. Il est à noter que l'efficacité de lixiviation pour éliminer le fer à partir du sable augmenté lorsque la température augmenté aussi (Bouabdallah et al., 2015 a).

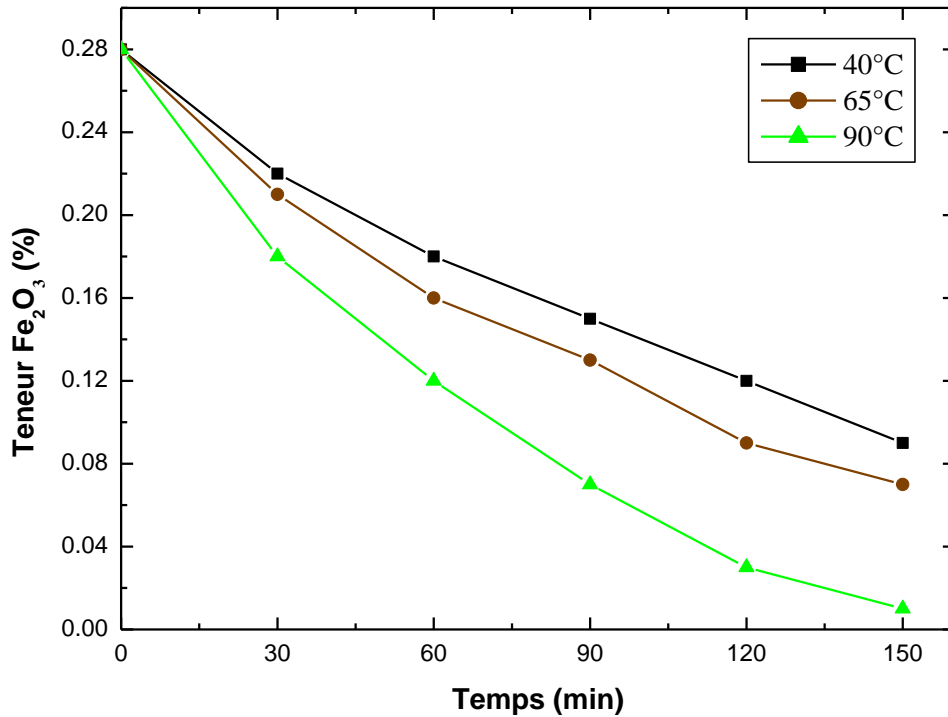


Figure 38. Lixiviation du fer à partir de sable de silice avec de l'acide chlorhydrique (3 mol/l) en fonction du temps à différentes températures

7. Bilan et calcul de l'efficacité d'élimination de Fe₂O₃

Après chaque essai, l'efficacité d'élimination de fer peut être calculée par la formule suivante (Bouabdallah et al., 2015 b) :

$$E (\%) = \left[1 - \left(\frac{\beta}{\alpha} \right) \right] * 100 \quad (18)$$

Où α est la teneur en fer dans l'échantillon initiale (Fe₂O₃ = 0,28 %)

β est la teneur en fer après traitement

7.1. Calcul de l'efficacité de la séparation magnétique

L'efficacité de la séparation magnétique, en présence de l'intensité du champ magnétique, sur l'élimination d'oxyde de fer varie de 7 à 64 %. Les meilleurs pourcentages d'élimination obtenus avoisinent les 57 à 65 % et ceci pour des intensités de 12 A et 15 A (tableau 16). Cependant, on peut souligner une légèrement efficacité pour l'élimination du TiO₂ à des mêmes intensités avec une efficacité du procédé atteignant alors 46 %.

Tableau 16. Effet de l'intensité du courant sur l'efficacité de l'élimination du fer

Intensité (A)	Fe ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	E (%)	TiO ₂ (%)	TiO ₂ (%)	E (%)
3		0,26	7,2		0,12	8
6	0,28	0,21	25	0,13	0,1	23,1
9		0,17	39,3		0,08	38,5
12		0,12	57,2		0,07	46,2
15		0,1	64,3		0,07	46,2

7. 2. Calcul de l'efficacité du traitement chimique

En ce qui concerne la concentration, les meilleurs résultats (78 et 85 % d'élimination de Fe₂O₃) sont obtenus à des concentrations d'acide chlorhydrique élevées soit à 4 et 5 mol/l pendant 48 heures. Quant la durée de 24 heures, une élimination maximale est observée à la concentration de 5 mol/l. Ces essais permettent d'éliminer jusqu'à 71 % de Fe₂O₃ (tableau17).

Tableau 17. Efficacité de l'élimination du fer pour différentes concentrations

Concentration HCl (mol/l)	Fe ₂ O ₃ (%)	24h Fe ₂ O ₃ (%)	E (%)	48h Fe ₂ O ₃ (%)	E (%)
1		0,23	17,9	0,22	21,4
2	0,28	0,18	35,8	0,16	42,9
3		0,12	57,2	0,1	64,3
4		0,09	67,9	0,06	78,6
5		0,08	71,4	0,04	85,7

Il est à relever que les pourcentages d'éliminations rapportés dans la première série d'essais sont faibles que ceux calculés dans la série concernant l'étude de l'influence de la température. Effectivement, l'efficacité du procédé optimisé à une température de 65°C (tableau 18), le pourcentage d'élimination

dépasse de 67 % pour une durée de 120 min et 75 % pour 150 min. Les pourcentages d'éliminations les plus élevés compris entre 89 % et 96 %, sont obtenus avec une température de 90 °C pour les mêmes durées précédentes. Notamment, il a été montré que l'efficacité du procédé augmente quand la température augmenté aussi.

Tableau 18. Efficacité de l'élimination du fer à des températures différentes avec une concentration de 3 mol/l

Temps (min)	3 mol/l						
	Fe ₂ O ₃ (%)	40°C Fe ₂ O ₃ (%)	E (%)	65°C Fe ₂ O ₃ (%)	E (%)	90°C Fe ₂ O ₃ (%)	E (%)
30	0,28	0,22	21,4	0,21	25	0,18	35,8
60		0,18	35,8	0,16	42,9	0,12	57,2
90		0,15	46,4	0,13	53,6	0,07	75
120		0,12	57,2	0,09	67,9	0,03	89,3
150		0,09	67,9	0,07	75	0,01	96,4

8. Schéma proposé pour la préparation et l'enrichissement des grès d'El - Aouana

L'étude de la préparation de grès d'El-Aouana a été soumis à un concassage jusqu'à une dimension inférieure 5 mm puis classé par tamisage de 250 µm avant l'étape du broyage pour la récupération des particules inférieure 250 µm. Dans le but de vérifier la fiabilité de la récupération massique de dimensions plus proche à la maille de libération (- 250 + 125 µm), un broyage avec un circuit fermé a été proposé pour réduire encore les particules supérieure à 250 µm, cette possibilité est économiquement réalisable.

Un tamisage humide a été effectué pour nettoyer la surface des particules inférieure à - 250 mm et cela la fraction -125 µm a été éliminé, puis une opération de séchage du produit.

L'échantillon de la fraction $-250 + 125 \mu\text{m}$ alimente le séparateur magnétique à haute pour éliminer les impuretés de fer. Les normes actuellement en vigueur proposent une série de tests de lixiviation pour la dissolution des composants métalliques principalement l'oxyde de fer (Fe_2O_3), deux principaux tests d'extraction solide/liquide par lixiviation sont examinés.

Sur la base des essais en laboratoire menés sur des échantillons des grès, un schéma d'enrichissement est suggéré comme suit.

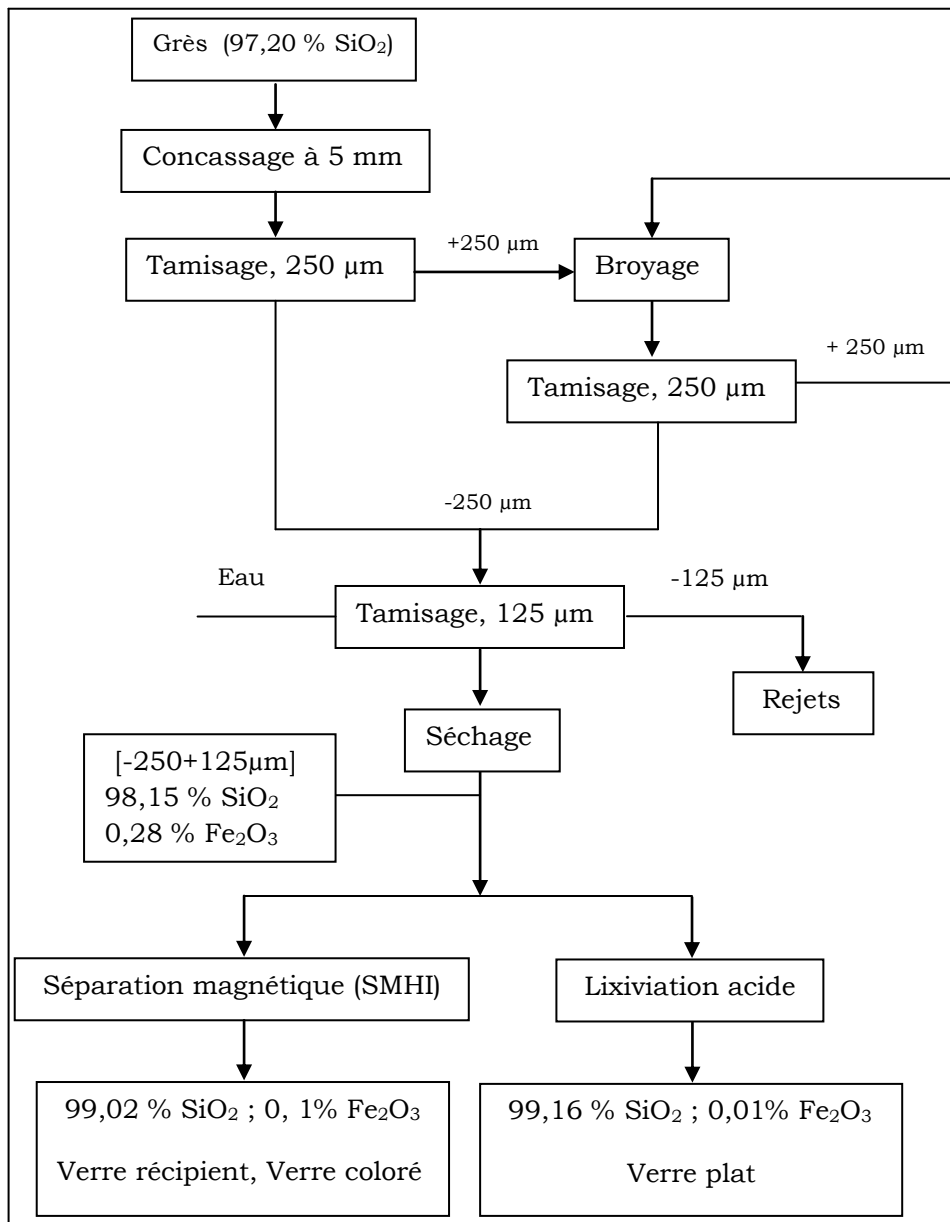


Figure 39. Schéma proposé pour la préparation et l'enrichissement des grès d'El-Aouana

Conclusion

D'après les études expérimentales, par séparation magnétique à haute intensité et par lixiviation acide, menées sur plusieurs échantillons représentatifs montrent ce qui suit :

- les opérations préliminaires de préparation du grès sont le broyage et le tamisage qui permettent de mieux cerner les inclusions nocives à la suite d'une maille de libération optimale des minéraux. Pour les applications nécessitant du sable de silice en verrerie, il a été démontré qu'une quantité significative d'impuretés peut être éliminée, une fois la fraction inférieure à 125 μm est enlevée. Les impuretés totales dans les échantillons lavés jusqu'à maintenant sont généralement de 0,28 % en Fe_2O_3 , 0,12 % en Al_2O_3 et 0,13 % en TiO_2 , pour une teneur en silice de l'ordre de 98 %.

-L'application d'une séparation magnétique (haute intensité à sec) sur des échantillons de sable lavés permet de diminuer la teneur en oxyde de fer à moins de 0,1 % et la teneur en oxyde de titane à moins de 0,07 %.

-Aux faibles concentrations en acide (concentrations en acide chlorhydrique de 1 et de 2 mol/l), la solubilisation augmente de façon stable, lorsque la concentration en acide est élevée, la solubilisation d'impureté est bien meilleure. Le troisième groupe d'expériences ont montré que les résultats d'un concentré contenant 99,16 % de SiO_2 et 0,01 % de Fe_2O_3 avec 3 mol/l après 150 minutes de traitement à une température de 90 °C.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Les travaux réalisés au cours de cette thèse portent sur la caractérisation et enrichissement du grès, qui renferme principalement des impuretés telles que l'oxyde de fer et de titane bien supérieures aux valeurs admissibles pour la fabrication du verre. Le but consiste à réduire les inclusions nocives et à améliorer la qualité de la silice. Pour atteindre ces objectifs, la démarche expérimentale adoptée pour cette étude consiste en une caractérisation physico-chimique en vue d'une valorisation par séparation magnétique et par lixiviation de la matière première minérale (grès).

La caractérisation physico-chimique s'est faite en se basant essentiellement sur les normes admissibles pour l'élaboration du verre. La caractérisation du grès avait pour objectif d'identifier, le plus précisément possible, les principales caractéristiques minéralogiques, chimiques et physiques du grès. Différentes techniques d'analyses ont été employées, telles que la granulométrie par tamisage, la diffraction des rayons X, la fluorescence X et l'observation par microscopie optique des fractions granulométriques et des lames minces. Les différentes caractérisations physico-chimiques des grès nous ont permis de trier les conclusions suivantes :

- L'analyse par DRX et lames minces du minerai révèle une composition minéralogique qui renferme principalement du quartz, avec de petites quantités d'oxyde de fer, et des traces de feldspath.

- L'analyse chimique des échantillons par FX montre que le grès d'El-Aouana à une teneur élevée en silice de 97 %. Cependant, les teneurs d'impuretés de l'oxyde de fer et de titane sont également remarquables et atteignent respectivement 0,6 % et 0,22 %. Ces dernières influent négativement sur la qualité du verre. Selon des travaux de recherche récents sur ce sujet, l'attaque chimique par lixiviation acide offre des résultats notables pour éliminer ces impuretés.

- Les essais au lavage montrent qu'une teneur excessive d'impuretés d'oxyde de fer et d'argile peut être réduite par élimination de la fraction fine de sable

inférieure à 125 μm , la teneur qui était de 0,6 % de Fe_2O_3 a été réduite à 0,28 % et 1,04 % d' Al_2O_3 réduite à 0,12 %.

- Un enrichissement complémentaire par séparation magnétique à haute intensité a permis de diminuer de manière satisfaisante la teneur en oxyde fer, mais pas suffisamment pur pour la fabrication du verre de qualité.

- Selon les exigences industrielles verrières la teneur en oxyde de fer doit être inférieure à 0,03 %. L'élimination du fer peut être obtenue par traitement chimique du sable ou par lixiviation. D'après plusieurs travaux de recherche et des applications industrielles, la purification des sables de verre se réalise par attaque chimique des impuretés d'oxyde de fer et de titane en utilisant l'acide chlorhydrique (HCl), il a été conclu à partir de ces travaux que le grès traité peut ensuite être utilisé comme sable de fonderie ou pour la fabrication de verre de haute qualité.

L'étude menée sur la caractérisation physico-chimique et enrichissement de la matière première siliceuse du grès d'El-Aouana pourra s'ouvrir sur d'autres perspectives d'enrichissement et de purification et ce pour une diversification des nuances de verre, d'une part et une revalorisation de la fraction fine inférieure à 125 μm d'autre part. A cet effet, une recherche au laboratoire serait souhaitable tout en menant des essais de flottation des impuretés ferrifères et de titane par dépression de la matière première siliceuse (flottation inverse). Il serait aussi réalisable en laboratoire des tests de flottation en tube Hallimond.

Bibliographie

- Akcil A., Tuncuk A., and Deveci H., 2007. An overview of chemical methods used in the purification of quartz. *Journal of the Chamber of Mining Engineers of Turkey*, 46, 3-10.
- Al-Harbi O., Amjad M., Alabdulaaly A., Khater G. and Alsari A., 1995. Evaluation of White Silica Sand in Al-Kharj Area for Industrial Application, *The Fourth Saudi Engineering Conference, KAAU, Jeddah, Vol. 2*, 307-311.
- Al-Maghrabi M.N.H., 2004. Improvement of low-grade silica sand deposits in Jeddah area, *Engineering Science, Vol.15, No.2*, 113-128.
- Alvarez M., Rueda E. H., and Sileo E. E., 2006. Structural characterization and chemical reactivity of synthetic Mn-goethites and hematites, *Chemical Geology*, 231, 288-299.
- Arslan V., Bayat O., 2009. Iron removal from Turkish quartz sand by chemical leaching and bioleaching. *Minerals and Metallurgical Processing*, 26(1), 35-40.
- Asmatulu R., 2002. Enhancement of the dewetability characteristics of fine silica particles, *J. Eng. Env.Sci*, 26, 513-519.
- Ayadi A., 2007. *Technologie du verre ,2^{ème}edition*, place centrale de Ben-Aknoun (Alger).
- Bamford C.R., 1977. *Color Generation and Control in Glass*, Glass Science and Technology, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam.
- Banza A.N., Quindt, J. and Gock, E., 2006 .Improvement of the quartz sand processing at Hohenbocka, *Institute of Mineral Processing*, 79, 76-82.
- Barton J., Guillement C., 2005. *Le verre - science et technologie*, EDP sciences.
- Bayat O., Vapur H., Kiliç Ö., Aslan V., Akarsu H. F., 2001. Adana kuvars kumtaşı flotasyonunda Öğütmenin etkisi. *4.Endüstriyel Hammaddeler Sempozyum Kitabı*, Editors: H. Köse, V. Arslan, M.Tanrıverdi.
- Benmeddour A., 2010. *Etude et simulations numériques des contraintes thermomécaniques dans le silicium photovoltaïque*, thèse doctorat de l'université Mentouri – Constantine.
- Berthelin J., et Koigablev A., 1974. Influence de lengoroement sur lattération microbienne des minéraux dans les sols. *Rev. Ecol. Biol. Sol.* 11, 499- 509.
- Bouabdallah S., Bounouala M., 2014. *Etude de l'enrichissement du grès par séparation magnétique et attaque chimique : cas du gisement d'El Aouana –*

- Jijel, Congrès International Management et Ingénierie des systèmes (MIS), Ecole Nationale Supérieure des Mines, Rabat, Maroc, 76-81.
- Bouabdallah S., Bounouala M., Chaib A., 2015 a. Removal of iron from sandstone by magnetic separation and leaching: case of El-Aouana deposit (Algeria), Mining Science, Vol. 22, 33-44.
- Bouabdallah S., Bounouala M., Idres A., Chaib A., 2015 b. Iron removal process for high-purity silica production by leaching and magnetic separation technique. Scientific Bulletin of National Mining University, Scientific and technical journal, 5, 47-52.
- Carr D. D., 1994. Industrial Minerals and Rocks, 6th edition, SME, N. Y.
- Celarie F., 2004. Dynamique de fissuration à basse vitesse des matériaux vitreux. Thèse de doctorat. Université Montpellier II.
- Chammas E., Pnias D., Taxiarchou M., Anastassakis G.N., Paspaliaris I., 2001. Removal of iron and other major impurities from silica sand for the production of high added value materials, Proceedings of the 9th Balkan Mineral Processing Congress, İstanbul.
- Comte S., 2004. Couplage de la chromatographie gazeuse inverse a un générateur d'humidité étude de l'hydrophile de surface de solides divisés et des limites de la technique) institut national polytechnique de Toulouse Ecole doctorale: Génie des procédés et environnement. 2189, 88-90.
- De Bonfils J., 2007. Effets d'irradiations sur la structure de verres - Comportement à long terme des matrices vitreuses de stockage des déchets nucléaires. Physique Atomique [physics.atom-ph], Université Claude Bernard - Lyon I.
- Deniz A.F., Abakay T.H., Bozkurt V., 2011. Removal of impurities from tailing (quartz) obtained from bitlis kyanite ore by flotation method, International Journal of Applied Science and Technology, Vol. 1, No 1, 74-81.
- Dermont G., Bergeron M., Mercier G., Richer-Lafldche M., 2008. Soil washing for metal removal: A review of physical/chemical technologies and field applications. Journal of Hazardous Materials, 152, 1-31.
- Dumont., M. 2006. Silica/Quartz in Canadian Minerals Yearbook, 2006. URL < <http://www.nrcan.gc.ca/mms/cmy/content/2006/51.pdf> >. Accessed April 2008.
- Farmer A.D., Collings A.F., Jameson G.J., 2000. The application of power ultrasound to the surface cleaning of silica and heavy mineral sands, Ultrasonics Sonochemistry, 7, 243-247.

- Fascio V., 2002. Étude de la micro structuration du verre par étincelage assiste par attaque chimique: une approche électrochimique. Thèse de doctorat. École polytechnique fédérale de Lausanne. France.
- Fuerstenau M C., Han KN., 2003. Principles of mineral processing, the Society for Mining Metallurgy and Exploration Inc, Littleton Colorado.
- Gavarini S., 2002. Durabilité chimique et comportement à l'irradiation des verres quaternaires LnYSiAlO (Ln=La ou Ce), matrice potentielle d'immobilisation d'actinides mineurs trivalents, thèse doctorat, université d'Orléans, Orléans.
- Gérard P., 2007. L'élaboration du verre, Vol.13, N°5.
- Gill C. B., 1991. Materials Beneficiation. New York: Springer-Verlag, p. 245.
- Gosselin A., Blackburn D., Bergeron M., 1999. Protocole d'évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à L'aide des technologies minéralurgiques, Direction de la Protection de l'Environnement, Sainte-Foy, Canada.
- Grynberg J., 2012. Mécanismes physiques et chimiques mis en jeu lors de la fusion du mélange SiO₂- Na₂CO₃, Thèse de doctorat. Université Pierre et Marie Curie.
- Hacifazlioglu H., 2014. Enrichment of silica sand ore by cyclojet flotation cell, Separation Science and Technology, 49, 1623-1632.
- Huang H., Li J., Li X, Zhang Z., 2013. Iron removal from extremely fine quartz and its kinetics, Separation and Purification Technology, 108, 45-50.
- Huntley F., Snow R., 1986. Mineral raw materials for flat glass manufacturing, society of mining engineers of AIME, New Orleans (U.S.A), 1-9.
- Ibrahim S.S., Selim A.Q., Hagrass A.A., 2013. Gravity Separation of Silica Sands for Value Addition, Particulate Science and Technology, 31, 590-595.
- Ishigaki T., Nakanishi A., Tateda M., Ike M., Fujita M., 2005. Bioleaching of metal from municipal waste incineration fly ash using a mixed culture of sulfur-oxidizing and iron-oxidizing bacteria. Chemosphere, 60, 1087-1094.
- Iveta Š., Igor Š., Pavol M. and Michal L., 2005. Biological, chemical and electromagnetic treatment of three types of feldspar raw materials, Jour. Mineral Engineering, Vol.19, 348 -354.
- Iveta Š., Igor Š., Pavol M., Zbyněk V., and Dávid K., 2007. Bacterial clay release and iron dissolution during the quality improvement of quartz sands. Jour. Hydrometallurgy, Vol.89, 99-106

- Jain A., Yi A-Y., 2005. Finite element modeling of structural relaxation during annealing of a precision -molded glass lens .Journal of Manufacturing Science and Engineering, 128(3), 683- 690.
- Jupille J., 2001. La surface du verre : structure et physico-chimie, C. R. Acad. Sci. Paris, t. 2, Série IV, 303-320.
- Kheloufi A., 2009. Acid leaching technology for obtaining a high-purity of silica for photovoltaic area. Chemical Engineering Transactions, 17, 197-202.
- Kheloufi A., Fathi M., Rahab H., Kefaifi A., Keffous A., Medjahed S.A., 2013. Characterization and quartz enrichment of the Hoggar deposit intended for the electrometallurgy, Chemical Engineering Transactions, 32, 889-894.
- Krebs W., Brombacher C., Bosshard P.P., Bachofen R., Brandl H., 1997. Microbial recovery of metals from solids. FEMS Microbiology Reviews, 20, 605-617.
- Lanyon M.R., Lwin T., Merritt R.R ., 1999. The dissolution of iron in the hydrochloric acid leach of an ilmenite concentrate, Hydrometallurgy 51 ,299-323.
- Lehmann J-C., 2006. Verre et produit verrières d’aujourd’hui et de demain, N° 884, p. 570.
- Leja J., 1981. Surface chemistry offroth flotation. Plenum publishing corporation, New York, USA, p. 744.
- Lingauer J., Orosz I., 1990. Rapport géologique du gisement de grès d’El Aouana, p .74.
- Lombardo T., 2002. Mécanismes d’altération du verre calco-sodique en atmosphère urbaine pollué. Thèse de doctorat ,Université paris XII - val de marne.
- Matis K. A., 1995. Flotation Science and Engineering,” Marcel Dekker, Inc.
- Mercier G., Duchesne J., Blackburn D., 2001. Prediction of metal removal efficiency from contaminated soils by physical methods, Journal of Environmental Engineering Div ASCE, 127, 348-358.
- Mowla D., Karimi G., Ostadnezhad K., 2008. Removal of hematite from silica sand ore by reverse flotation technique, Separation and Purification Technology 58, 419-423.
- Mustafa, M.K.A., 2008. Biobenefication of silica sand for optical glass production using *Aspergillus niger*. GEOSURV, int. rep. No. 3107.
- Nakai Y., Mishima F., Akiyama Y., Nishijima S., 2011. Development of high gradient magnetic separation system under dry condition, Physica C 470, 1812-1817.

- Önal G., Kaytaz Y., Doğan Z., 2002. Iron removal of Yalıköy Sand Dunes. IX th International Mineral Processing Symposium, Extended Abstracts, Cappadocia/Turkey.
- Papon P., Leblond J et Meijer P- H-E., 2002. Physique des transitions de phases, Concepts et applications, Dunod.
- Parsa M-H., Rad M., Shohosseini M-R.,2005. Simulation of windscreen bending using viscoplastic formulation .Journal of Materials processing technology 170: 298-303.
- Paternarakis G., Paspaliaris Y., 1989. The leaching of iron oxides in boehmitic bauxite by hydrochloric acid, Hydrometallurgy, 23, 77-90.
- Raghavan P., Chandrasekhar S., Anoop Chandra I.R., Ramaswamy J.V., Antony V., 2006. Development of a beneficiation flow sheet for processing silica sand from Chertala area of Kerala, Proceedings of the International Seminar on Mineral Processing Technology, 320-327.
- Rahmouni M., 2010. Etude des cellules photovoltaïque 'HIT' en vue d'améliorer leur rendement. Thèse de doctorat .Université des sciences et de la technologie d'Oran.
- Ramadan F-S., 2014. Characteristics of White Sand Deposits in Southern Sinai Region, Egypt, Middle East Journal of Applied Sciences, 4(1): 100-108.
- Salopek S., Sobota I., Halle R., and Bedeković G., 2004. Improvement of quartz sand quality using attrition cleaning, Taylor & Francis Group ,London.
- Santos I. C., Goncalves A. P., Silvasantos C, Almeida M., Afonso M. H and Joaquina Cruz M., 1990. Purification of metallurgical grade silicon by acid leaching. Hydrometallurgy, 23, 237-246.
- Scholze H., 1968. Le verre, nature, structure et propriétés, Institut du verre, Paris.
- Schwertmann U., 1991. Solubility and dissolution of iron oxides. Plant and Soil, 130, 1-25.
- Sivamohan R., Forssberg E., 1985. Principles of spiral concentration, International Journal of Mineral Processing, 15, 173-181.
- Sontakkey V.A., Rao M.S., Ram M. Development process diagram for a simple sample of silica sand to produce silica sand of high quality focus in the district of Ratnagiri, Maharashtra, Proceedings of the XI International Seminar on Mineral Processing Technology (MPT-2010), pp. 139-143.
- Styriakova I., Mockovciakova A., Styriak I., Kraus I., Uhlik P., Madejova J., Orolinova Z., 2012. Bioleaching of clays and iron oxide coatings from quartz sands, Applied Clay Science, 61, 1-7.

- Sundararajan M., Ramaswamy S., Raghavan P., 2009. Evaluation for the beneficiability of white silica sands from the overburden of lignite mine situated in rajpardi district of Gujarat, *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, Vol. 8, No. 9, 701-713.
- Svoboda J., Fujita T., 2003. Recent developments in magnetic methods of material separation, *Minerals Engineering* ,16, 785-792.
- Tarasova I.I., Dudene A.W.L., and Pilurzu S., 2001. glass sand processing by oxalic acid leaching and photocatalytic effluent treatment. *Minerals Engineering*, Vol. 14, 6, 639-646,
- Tuncuk A., Akcil A., 2014. Removal of iron from quartz ore using different acids: a laboratory-scale reactor study, *Mineral Processing & Extractive Metall. Rev*, Vol. 35, No. 4, 217-228.
- Ubaladini S.L., Piga L., Fornari P., and Massidda R., 1996. Removal of iron from quartz sands: A study by column leaching using a complete factorial design. *Jour. Hydrometallurgy*, Vol.40, 369-379.
- Veglio, F.; Passariello, B.; Barbaro, M.; Plescia, P.; Marabini, A. M. Drum 1998. Leaching tests in iron removal from quartz using oxalic and sulphuric acids. *Int. J. Miner. Process.* 54, 183.
- Venkatraman P., Kow W., Sadowskia J., and Anthraper A., 2000. Application of floatex/spiral circuit in processing silica sand, Presented at the SME Annual Meeting Salt Lake City, Utah – February 28-March 1, SME Preprint No. 00-162.
- Vignes J-L., Beurroies I., 1997. Une vie de verre expériences sur l'élaboration et les propriétés d'un matériau, vol 91, 790, 197-213.
- Vieira A. M., Peres E.C.A., 2007. The effect of amine type, pH and size range in the flotation of quartz, *Minerals Engineering*, 20, 1008-1013.
- West A-R., 1987. *Solid State Chemistry and its Applications* (Eds: Jhon Wiley& Sons Ltd.), New York.
- Wills B. A., 1988. *Mineral Processing Technology*, 4th edition, Pergamon Press.
- Wills B .A, Napier-Munn TJ .Wills., 2006. *Mineral processing technology .An introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery.* Elsevier Ltd, Londres, Angleterre.
- Zhang Z., Li J., Li X., Huang H., Zhou L., Xiong T., 2012. High efficiency iron removal from quartz sand using phosphoric acid, *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 114, No. 117, 30-34.
- Zarzycki J., 1982. *Le verre et l'état vitreux*, Masson, Paris.

ANNEXE A

1. Les impacts de l'exploitation

L'exploitation de ses sables sera faite sans faire appel à des procédés de transformation chimique, ni aucune injection importante de produit additif ou élément susceptible de générer des dégagements et/ou des rejets très nuisibles pour l'environnement, il est cependant évident que l'exploitation engendra quand même des impacts sur l'environnement, dont l'atténuation ne sera pas évidente pour tous les cas.

En effet, il s'agit d'impact d'abord sur l'écosystème local est immédiat et ensuite sur le paysage, et le faciès général des secteurs.

1.2. Impact sur la population locale

Aucune concentration d'habitation n'étant signalée à un rayon de près de 06 Km autour du site (à vol d'oiseau).

L'exploitation des gisements de sable ne sera de ce fait acceptable pour la population locale que dans la mesure où ces habitations trouveront du travail au niveau de l'exploitation, étant donné le taux élevé de chômage qui caractérise la région, l'exploitation des gisements de sables ne peut qu'être bénéfique pour cette wilaya.

1.3. Effets sur la santé de l'inhalation de poussière de silice

La silicose, l'une des plus anciennes maladies professionnelles, continue à tuer des milliers de personnes chaque année, partout dans le monde. Il s'agit d'une maladie pulmonaire incurable provoquée par l'inhalation de poussières contenant de la silice cristalline libre. Elle est irréversible et, de plus, continue à progresser même après la fin de l'exposition. En cas d'exposition extrêmement forte, la durée de latence est raccourcie et la maladie évolue plus rapidement.

La poussière de silice est libérée au cours d'opérations dans lesquelles des roches, du sable, du béton et certains minerais sont broyés ou concassés. Le travail dans les mines, carrières, fonderies et sur les chantiers de maçonnerie est particulièrement dangereux.

Le sablage est l'une des opérations qui comportent le plus de risques en ce qui concerne la silicose. Tout sablage, même si l'abrasif lui-même ne contient pas de silice, peut entraîner un risque de silicose lorsqu'il est effectué sur des matériaux qui en contiennent, par exemple des résidus provenant des moules utilisés pour couler les métaux.

Certaines opérations, comme le balayage à sec, le nettoyage du sable ou du béton, ou le nettoyage de façades à l'air comprimé peuvent générer d'importants nuages de poussière. Ainsi, même réalisées à l'air libre, ces activités peuvent être dangereuses. Il faut prendre des mesures avant que l'exposition ne survienne.

1.4. Impact sur les sols et les eaux Souterraines

Le mouvement des engins et des camions lors de l'exploitation agira sur les caractéristiques du sol par damage d'où l'asphyxie de celui-ci.

L'entretien et le panage de ces engins et des camions risque de donner lieu à des écoulements et infiltrations dans le sol des huiles minérale (huiles de vidange ...etc.) carburants et solvants qui pourraient s'infiltrer dans le sol pour altérer d'abord la quantité puis contaminer à plus ou moins en moyen terme les eaux souterraines (et même celle de surface).

L'impact le plus déterminant pour les sols résidera dans les phénomènes d'érosion engendrés par l'exploitation même du site et la circulation des engins et camions.

Sachant que la nappe aquifère est sur les 40 mètres de profondeur par rapport au niveau de la route d'après des forages faits dans la région. Ainsi que de résoudre les problèmes courants de contenu géologique, il faut établir un service géologique minier sur le site pour le contrôle de bon déroulement lors de l'exploitation, afin d'éviter les pollutions des sols de la nappe phréatique, des études d'impacts complémentaires sur le milieu sont recommandés pour juger de la possibilité d'exploiter ces sables sans grand dommage.

1.5. Impact sur la faune et la flore

L'exploitation des carrières modifiera le paysage végétal et la niche faunistique, puisqu'il entraîne leur disparition du site. Dans l'analyse de l'état initial il a été souligné que la couverture végétale est quasi-absente, aussi bien en

terme de densité qu'on terme d'espèce. En effet, les espèces floristiques existantes autour du site, quant à l'équilibre faunistique, concernant les quelques espèces qui trouvent refuge dans les creux, il ne sera pas perturbé puisque cette faune peut se déplacer dans une autre zone plus appropriée.

2. Les déchets solides

Afin préserver l'environnement de l'unité et la santé du personnel, nous proposons ce qui suit pour les déchets solides :

Le stockage : prévoir un local pour le stockage des déchets qui répond aux caractéristiques suivantes :

- Loin des ateliers de production ;
- Equipé des moyens de lutte contre incendie ;
- Comporte des consignes de sécurité lisibles ;
- Une inspection régulière de local.



Figure A. Stock des déchets de verre de l'usine Africaver, Taher (Jijel)

Elimination : les déchets solides provenant de l'unité Africaver sont vendus aux tiers privés ou bien cédés aux ouvriers de l'unité avec des prix symboliques, une initiative qui mérite un encouragement.

La vente des déchets a un double impact positif sur le économique et environnemental.

Sur le plan économique

- Des gains financiers pour la société;
- Gains pour la collectivité par la réduction des volumes à enfouir dans la décharge publique).

Sur le plan environnemental

- Réduire les quantités des déchets toxiques dans l'environnement;
- Minimiser les surfaces de stockage à l'intérieur de l'unité ;
- Assurer un développement durable.

ANNEXE B

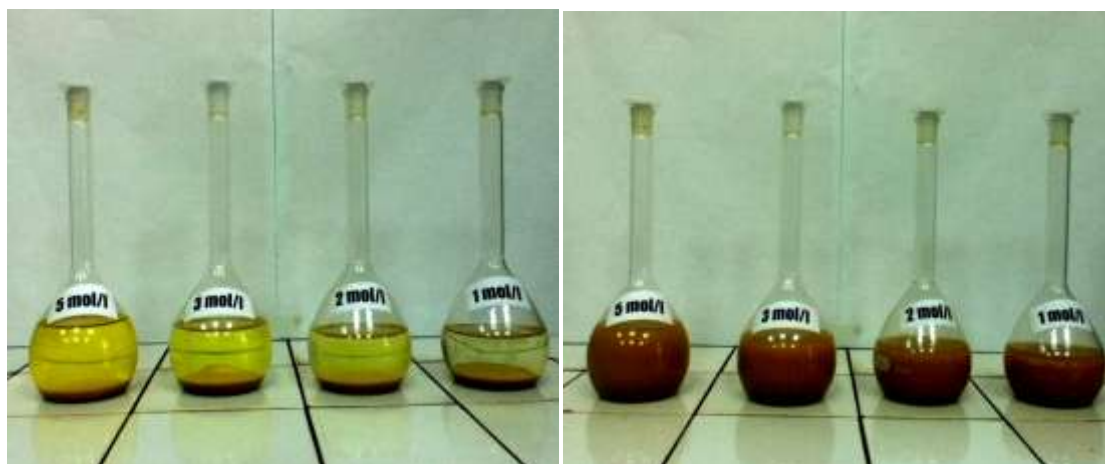


Figure B. Variation de la concentration d' HCl.



Figure C. Variation de la concentration d' HCl en fonction de la température

ANNEXE C



Figure D. photomètre à flamme



Figure E. Absorption atomique



Figure F. Préparation de l'échantillon de grès pour analyse par DRX



Figure G. Diffractomètre des rayons X