



**TOGETHER**  
*for a sustainable future*

## OCCASION

This publication has been made available to the public on the occasion of the 50<sup>th</sup> anniversary of the United Nations Industrial Development Organisation.



**TOGETHER**  
*for a sustainable future*

## DISCLAIMER

This document has been produced without formal United Nations editing. The designations employed and the presentation of the material in this document do not imply the expression of any opinion whatsoever on the part of the Secretariat of the United Nations Industrial Development Organization (UNIDO) concerning the legal status of any country, territory, city or area or of its authorities, or concerning the delimitation of its frontiers or boundaries, or its economic system or degree of development. Designations such as “developed”, “industrialized” and “developing” are intended for statistical convenience and do not necessarily express a judgment about the stage reached by a particular country or area in the development process. Mention of firm names or commercial products does not constitute an endorsement by UNIDO.

## FAIR USE POLICY

Any part of this publication may be quoted and referenced for educational and research purposes without additional permission from UNIDO. However, those who make use of quoting and referencing this publication are requested to follow the Fair Use Policy of giving due credit to UNIDO.

## CONTACT

Please contact [publications@unido.org](mailto:publications@unido.org) for further information concerning UNIDO publications.

For more information about UNIDO, please visit us at [www.unido.org](http://www.unido.org)



Distr. LIMITEE

ID/WG.453/9

5 novembre 1985

FRANCAIS

Organisation des Nations Unies pour le développement industriel

---

Table Ronde sur le Développement de  
l'Industrie des Phosphates et des Engrais  
Phosphatés dans les Pays en Développement  
Gafsa, Tunisie, 18 - 22 novembre 1985

RECUPERATION DE PHOSPHATE  
DANS LES REJETS FINS DES LAVERIES\*

Document établi par

Htivech Ali\*\*

---

\* Les opinions exprimées dans le présent document sont celles de l'auteur et ne reflètent pas nécessairement celles du Secrétariat de l'ONUDI.  
Ce document n'a pas fait l'objet d'une mise au point rédactionnelle.

\*\* Ingénieur au Centre de Recherches, Compagnie des Phosphates de Gafsa, Tunisie.

RESUME

S'intéresser aux rejets fins des laveries présente à notre sens un intérêt principal :

- la possibilité de récupérer du phosphate

Des prélèvements ayant montré que la tranche granulométrique  $> 40 \mu\text{m}$  une fois séparée de la totalité des rejets par hydrocyclonage présente des teneurs en  $\text{P}_2\text{O}_5$  non négligeables, nous nous sommes intéressés à les valoriser par modes physico-chimiques à coûts assez compétitifs et les résultats expérimentaux montrent la possibilité de les récupérer à des prix de revient raisonnables; des tests de fabrication d'acide phosphorique n'ont pas montré des difficultés particulières dans la transformation d'une telle qualité de phosphate

- 1 -

**RECUPERATION DU PHOSPHATE DANS LES REJETS  
FINS DES LAVERIES**

**1/ INTRODUCTION**

Les méthodes d'extraction du phosphate dans la C.P.G ont beaucoup évolués :

mine classique      ↘      mine mécanisée  
                         ↗      mine à ciel ouvert :

le taux des mines à ciel ouvert par rapport à l'extraction totale va en augmentant; actuellement il est de 58,5 %\*.

Ceci a pour conséquence une variabilité dans les qualités des bruts à traiter.

Les procédés de traitement par lavage fixés pour une qualité homogène de phosphate sont par contre restés les mêmes.

Le traitement de ces différentes qualités brutes de phosphates par ces procédés, même après homogénéisation au préalable, entraîne des pertes non négligeables dans les rejets gros et fins.

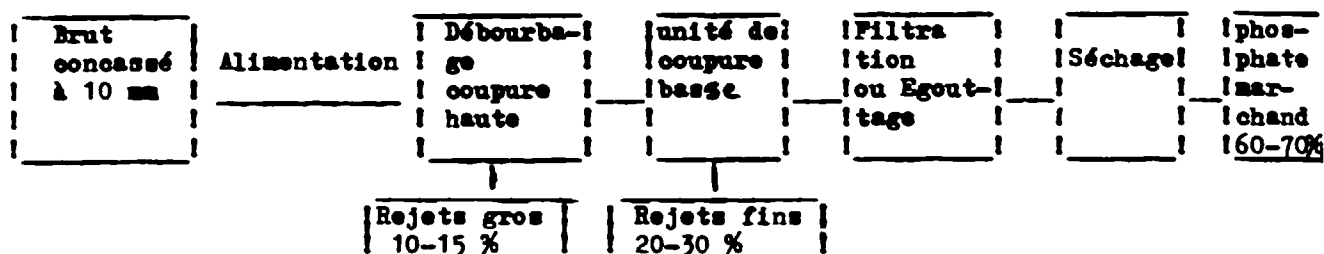
L'un des objectifs visés par la compagnie des phosphates de Gafsa est la RECUPERATION DU PHOSPHATE DANS LES REJETS fins des laveries qui présente à notre sens un intérêt certain.

**2/ MODES ACTUELS DE TRAITEMENT DU PHOSPHATE**

A l'état actuel, le traitement du phosphate de gisements exploités afin de les enrichir se fait essentiellement par lavage

\* valeurs de Juin 85

Le schéma sommaire de la marche d'une usine de lavage ou laverie peut se présenter comme suit :

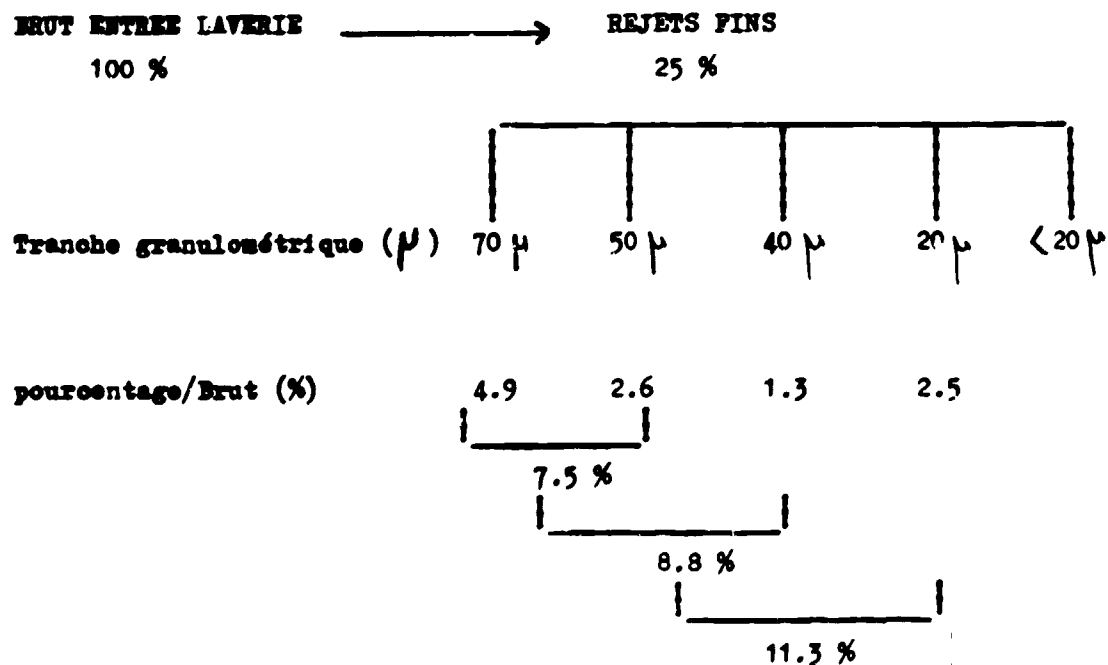


les pourcentages donnés ci-dessus sont les résultats de plusieurs prélèvements systématiques et représentatifs que nous avons effectués dans différentes laveries.

### 3/ CLASSIFICATION GRANULOMETRIQUE DES REJETS FINS

#### 3.1. Bilan des pertes fines dans une laverie

Dans le but d'identifier ces rejets fins et le pourcentage de phosphate récupérable; nous avons effectué une série de prélèvements dans une laverie. Ceci nous donne les résultats suivants:



Un bref commentaire de ce tableau s'impose de lui-même. Il montre tout d'abord :

\* le taux des > 70 microns passant dans les rejets fins est le plus important; un contrôle plus serré des installations déjà en place est à assurer.

\* le pourcentage des > 50 microns représente 7.5 % du brut de l'alimentation. C'est un pourcentage non négligeable.

### 3.2. Bilan des pertes annuelles pour les différentes laveries

- Hypothèse de travail :

taux des rejets fins: 20 % de l'alimentation Brut  
taux des rejets fins > 50 microns: 6 % de l'alimentation Brut.

Heures de marche d'une laverie: 20 H/jour.

Nbre de jours de marche d'une laverie : 200 jours/an.

En tenant compte de ces hypothèses de travail , qui constituent un minimum, nous présentons les résultats pour les différentes laveries dans le tableau suivant :

Laverie	L 1	L 2	L 3	L 4	L 2	L 3	L	Total
Données	Mét.	Mét.	Mét.	Mét.	MD	ZL	Més	
Brut en t/h	100	140	140	350	160	315	160	1365
Rejets fins t/h	20	28	28	70	32	63	32	273
Rejets fins > 50 ent/h	6.0	8.4	8.4	21.0	9.2	18.9	9.6	82

Ceci donne des pertes annuelles de :

rejets globaux : 273 t/h x 20 hs/jour x 200 j/an = 1092000 t/an

rejets > 50 microns = 82 t/h x 20 h/jour x 200 j/an = 328000 t/an.

### 3.3. Analyse chimique de ces rejets

- Analyse des rejets fins globaux

	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SiO <sub>2</sub> (1) Insolubles(2)	MgO
Laverie IV de Métlouli	8.52	2.91	28.23 (1)	2.85
Laverie de M'Dilla	8.48	3.38	26.18 (1)	2.85
Laverie de Moularès (a)	18.61	1.94	16.18 (2)	0.52
Laverie de Moularès (b)	20.33	1.90	14.69 (2)	0.41

(a) coupure à 70 microns

(b) coupure à 90 microns

- Analyse des rejets fins > 50 microns

	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SiO <sub>2</sub> (1) Insolubles(2)	MgO
Laverie IV de Métlouli	21.50	1.85	13.42 (1)	1.10
Laverie de M'Dilla	21.79	1.95	10.57 (1)	1.26
Laverie de Moularès(a)	24.67	1.77	7.21(2)	0.30
Laverie de Moularès(b)	27.66	1.69	4.50 (2)	0.33

(a) : coupure 70 microns

(b) : coupure 90 microns

Si les rejets globaux présentent une faible teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, les rejets fins > 50 microns présentent par contre des teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> assez valables et des teneurs en éléments pénalisants pas assez élevées, ce qui inciterait à une réflexion à un mode de leur enrichissement.

#### 4/ MODES D'ENRICHISSEMENT

##### 4.1. Mode physique : l'attrition

L'attrition est la séparation de particules agglomérées les unes

aux autres par agitation en turbulence. Son importance est indéniable surtout dans le cas des fines particules où la probabilité d'agglomération est plus grande.

L'attrition permet d'obtenir une alimentation "propre" pour la flottation. Le Bilan de l'opération est :

masse de l'attritionné  $\#$  0.8 masse de l'alimentation .  
gain en  $P_2O_5$  ;  $\Delta P_2O_5 \#$  3.

#### 4.2. Mode physico-chimique : la flottation

L'opération appelée communément, Flottation de part sa grande application pour l'enrichissement de divers minerais, est une flottation sélective. Elle se base sur l'adsorption sélective d'agents tensio-actifs appelés collecteurs sur les différents minéraux. La séparation des phases se fait par différence d'hydrophobicités activée par injection d'un débit gazeux.

Nous présentons ci-dessous les résultats de flottation obtenus pour quelques "rejets" attritionnés.

- "Rejet > 50 microns" de la laverie IV.

PRODUIT	Rt Pds	% $P_2O_5$	CaO/ $P_2O_5$	PH	Collecteur
Alimentation	-	24.63	1.77	10.10,5	MG 170
Concentré	64	29.34	1.64		
Stérile	36	15.16	2.26		

- "Rejets > 50 microns de Moularès (a)

Soient  $C_1$  = consommation en g/t de l'ester

$C_2$  = " " " "

$C_3$  = " " de l'amine F 22-6.





LAVERIE	Entrée Brute sur sec t/h	Rejet fin t/h	Rejet 50 attri. t/h	Récupération par flottation	Récupération annuelle le x 10 <sup>3</sup> t
L 4 METLAOUI	350	70	13	10	40
L 3 METLAOUI	140	28	5.6	4.2	16.8
L 1 METLAOUI	100	20	4.0	3.0	12.0
L 2 M'DILLA	160	32	6.5	5.0	20.0
L.de la Zone "L"	315	63	12.5	9.5	38.0
L.de MOULARES	160	32	6.5	5.0	20.0
L 2 METLAOUI	140	28	5.6	4.2	16.8
T O T A L	1365	273	53.7	40.9	163.6

Ce calcul est fait sur la base de la marche d'une laverie à raison de 20 H/j pendant 200 jours/an.  
 pour une marche de 250 jours/an nous aurons une recuperation annuelle de 204.5 mille tonnes de phosphate marchand.

- Estimation Economique Approximative/tonne

Opération	Coût
- préparation mécanique	
1er cyclonage	] Estimation 1.500
Attrition	
2 <sup>nd</sup> cyclonage	
- préparation chimique	2.000
- consommation électrique	0.500
- personnel	1.000
- Coût total d'une tonne	<u>5.000</u>

Cette estimation est prise au maximum, toutefois , une étude plus poussée du coût et d'opportunité est à faire. Néanmoins nous pouvons d'ores et déjà dire que du point de vue technique c'est une opération tout à fait possible vue les qualités non négligeables à récupérer.

5/ ENRICHISSEMENT DE LA TRANCHE > 40 MICRONS

Encouragés par nos résultats obtenus pour les "rejets > 50 $\mu$ "

1- l'amélioration des modes d'enrichissement

2- les extrapoler pour englober la tranche comprise entre 50 et 40 microns qui donnerait nécessairement une augmentation en quantité du phosphate récupéré.

Nous avons fait une série d'essais d'investigation puis d'optimisation, et nous présentons ci-dessous quelques résultats obtenus par flottation précédée d'une attrition.

L'alimentation de flottation titre 24.5 en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

C<sub>1</sub> = consommation en g/t de l'Amine

C<sub>2</sub> = consommation en g/t de l'Ester.

- résultats expérimentaux

N° ESSAIS	NATURE DU MINÉRAI	C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>	Rdt Pdz	%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
1	Stérile	400	40	6.53	10.19	2.71
	Concentré			93.37	25.29	1.71
2	Stérile	500	80	13	4.16	2.90
	Concentré			87	27.50	1.62
3	Stérile	500	40	10.50	4.47	2.88
	Concentré			88.50	26.57	1.63
4	Stérile	500	80	19.57	9.29	2.61
	Concentré			80.43	28.14	1.67

La valorisation de la tranche > 40 microns est également techniquement possible et l'optimisation des modes d'enrichissement nous a permis de diminuer de moitié la consommation de réactifs ce qui diminuerait le prix de revient de la tonne de phosphate récupérée.

6/ CONCLUSION

La présentation de ces différents résultats qui vont du contrôle élémentaire de la marche d'une laverie jusqu'à la récupération proprement dite du phosphate dans les rejets fins nous permet de dire :

1- la quantité du phosphate perdue dans les rejets de laverie n'est pas négligeable.

2- La récupération d'une grande partie de ces rejets est techniquement possible et le prix de revient d'une telle opération est assez valable

3- L'infrastructure nécessitée par une telle opération n'est ni compliquée ni onéreuse et n'entraverait en rien la marche normale des laveries actuelles lors d'une probable installation.

4- Elle nous incite à penser sérieusement à envisager la possibilité de récupération du phosphate dans les refus gros et penser à descendre à des coupures plus basses pour les rejets fins.

5- La récupération des fines riches diminue la concentration des boues par conséquent réduit la consommation de flocculant et améliore la récupération d'eau.

6- Diminue l'effet de l'abrasion dans les conduites et notamment dans les différents ensembles de l'unité de traitement des eaux (conduites, pompes, vannes, séclar, taster.....).

### TEST DE TRANSFORMATION

Un test d'attaque sulfurique a été réalisé pour déterminer le comportement d'un concentré de phosphate, qui fait l'objet d'une étude de récupération du  $P_2O_5$  à partir des rejets fins des laveries dans la fabrication d'acide phosphorique.

Les essais ont été faits en discontinu et on a pu déterminer les paramètres suivants:

- \* consommation de matières premières
- \* rendement en  $P_2O_5$
- \* vitesse de filtration
- \* qualité de l'acide et qualité du gâteau filtrant.

Les résultats montrent que ce concentré convient à la fabrication d'acide phosphorique, en produisant un phosphogypse de bonnes caractéristiques de filtration, filtrabilité de l'ordre de 4.4 t  $P_2O_5$  /J/m<sup>2</sup>.

Le rendement d'attaque était de l'ordre de 95-96 %. Les données sur les matières premières montrent une consommation d'acide sulfurique habituelle pour les concentrés de phosphates sédimentaires.

### CARACTERISTIQUES DE PHOSPHATE

En fait il s'agit d'un mélange de trois concentrés récupérés (>40 microns)

de composition chimique connue

Le rapport  $CaO/P_2O_5$  est légèrement élevé dû essentiellement à une qté plus importante des carbonates

La teneur élevée en chlore implique des risques de corrosion par l'acide chlorhydrique. Par contre la valeur normale du rapport silice/fluor, élimine tout risque de corrosion par formation d'acide fluorhydrique.

Les principales impuretés sont l'aluminium et le magnésium qui se présentent en proportions inférieures à 1 %.

Le titre élevé en  $\text{CO}_2$  fait craindre un problème de mousses.

Les teneurs en  $\text{Na}_2\text{O}$  et  $\text{K}_2\text{O}$ , faibles par rapport aux qualités lavées implique moins de problèmes d'entartrage par formation des fluosilicates.

#### Test de fabrication d'acide phosphorique :

Le phosphate est attaqué par l'acide sulfurique dans une bouillie constituée par de l'acide phosphorique et du gypse recyclé de l'essai précédent.

A la fin de l'essai, on filtre la bouillie sous vide contrôlé (400 mm de mercure). Le gâteau est lavé par des solutions acides de plus en plus diluées puis de l'eau

Le gypse de chaque essai est séché, pesé puis analysé pour déterminer l'importance, la nature et la régularité des pertes en  $\text{P}_2\text{O}_5$ , on établit un bilan de l'emploi de l'acide sulfurique qui permet de déterminer de façon précise la quantité d'acide nécessaire à la fabrication d'acide phosphorique.

L'attaque a eu lieu à température constante 78 °C et l'homogénéisation de la bouillie a été obtenue par une agitation mécanique à vitesse constante.

La durée totale de l'essai d'attaque a été de deux heures et demi y compris le temps de cristallisation de gypse.

#### Exploitation des résultats:

Une série de 9 essais a été réalisée

La consommation sulfurique est peu élevée conformément au rapport  $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$  qui est de l'ordre de 1.699, mais reste toujours économique surtout pour un concentré de phosphate d'origine sédimentaire récupéré à partir des rejets.

Les pertes en  $\text{P}_2\text{O}_5$  sont acceptables; le syncristallisé présente la fraction la plus majoritaire; l'inattaqué peut être réduit en diminuant le taux de la montée des mousses qui sont abondantes et qui retiennent les particules fines du phosphate à la surface.

Les pertes en  $P_2O_5$  permettent d'envisager un rendement chimique global de l'ordre de 94-95 %.

Le phosphogypse produit a une bonne filtrabilité, environ 4.4 t  $P_2O_5$  /J/ m<sup>2</sup>

TABLEAU : Résultats techniques de la fabrication d'acide phosphorique

Concentration sulfurique en g $H_2SO_4$ par litre		26.83
Facteur gypse en tonnes gypse sec par tonne de $P_2O_5$ traité		4.9
Perte en $P_2O_5$ par rapport au gypse en %	* inattaqué	4.9
	* syncristallise	0.50
	* soluble eau	
Rendement CHIMIQUE en %	* Attaque	95.60
	* Filtration	99.27
	* Global	94.87
Consommation matière première en t/t $P_2O_5$ produit	* $H_2SO_4$ - 100 %	2.95
	* Phosphate sec	3.68
Filtrabilité en $P_2O_5$ /J/m <sup>2</sup>		4.4

L'acide phosphorique produit atteint un titre en  $P_2O_5$  très voisin des 30 % recherchés.

CONCLUSION :

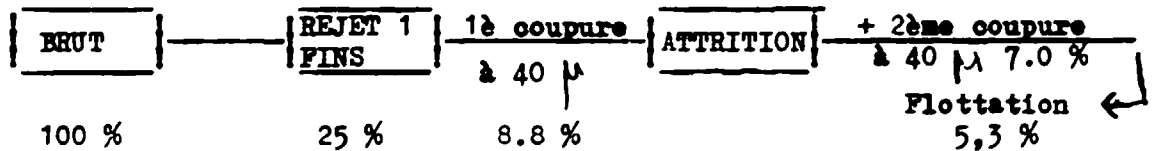
En considérant le comportement du concentré de phosphate récupéré à partir des rejets fins, on pourrait dire qu'il convient à la fabrication d'acide phosphorique de voie humide par procédé au dihydrate.

En ce qui concerne les mousses, des essais sur pilote, nous permettent de résoudre ce problème soit, mécaniquement par l'effet de l'agitation soit par l'utilisation d'un antimoissant.

En ce qui concerne la corrosion par l'acide chlorhydrique, il serait souhaitable de prévoir les précautions dans le sens de minimiser les risques de corrosion par action de cet acide. Au niveau de la fabrication <sup>proprement dite</sup>, on peut dégager les avantages suivants:

- \* bonne réactivité, attaque sans recourir au broyage.
- \* filtrabilité du phosphogypse obtenu satisfaisante; et la présence des cristaux fins n'a pas empêché d'avoir de bonnes caractéristiques de filtration.

RECAPITULATIF



Si on considère en moyenne un traitement de 9 millions de tonnes de phosphate brut par an nous récupérerons :

$$5.3 \% \times 9.000.000 \text{ T} = 477.000 \text{ tonnes}$$

$$477.000 \text{ tonnes de } > 40 \mu \text{ (marchand)}$$

l'écoulement de rejets fins sur le marché augmenterait le chiffre d'affaires de la compagnie de 11 %