

Recherche de matière valorisable dans les déchets de phosphates de Hahotoé-Kpogamé (Togo) : cas du gypse ($\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$)

ZONVIDE Essey¹ ; TCHANGBEDJI Gado^{1*} ; JONDO Koffi² ; KILI Koffi¹ ; BABA Gnon¹

1. Laboratoire GTVD (Gestion, traitement et valorisation des déchets), Faculté des Sciences, Université de Lomé, BP 1515, Lomé, Togo

2. Département de Chimie, Faculté des Sciences, Université de Lomé, BP 1515, Lomé, Togo

* Pour tout contact : tchangbedji@hotmail.com

Résumé

La recherche de gypse dans les déchets phosphatés issus du traitement du minerai de phosphates de Hahotoé-Kpogamé a été réalisée dans le but de réduire les impacts polluants et de valoriser au moins en partie ce qui peut l'être dans ces déchets. Les caractérisations physicochimiques ont révélé la présence des ions sulfate et du calcium dans ces déchets. Les teneurs des ions sulfate et du calcium sont respectivement de l'ordre de 1,5 % et 10 %. Les analyses par diffraction des rayons X et les analyses thermiques différentielle (ATD) et thermogravimétrie (ATG) ont permis de conclure que l'existence des ions sulfate et du calcium dans les déchets est due en partie à la présence du gypse.

Mots clés : phosphate, déchets, gypse

1. Introduction

Le rejet des déchets de phosphates de Hahotoé-Kpogamé après traitement, sous forme de boues dans les eaux de mer de la façade atlantique du Togo, constitue un problème environnemental majeur. La réduction de cette pollution industrielle passe par la recherche de matériaux valorisants dans ces déchets qui constituent un mélange complexe. Des auteurs ont signalé la présence de gypse dans les déchets de traitement de certains minerais de phosphates [1, 2, 3].

Le présent travail a pour objectif la recherche physico-chimique du gypse ($\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$) dans les déchets du minerai du Togo, un matériau qui entre dans l'élaboration du ciment et des plâtres [4, 5].

2. Matériels et méthodes

2.1. Les déchets phosphatés

Le traitement du minerai brut de phosphate extrait à Hahotoé-Kpogamé consiste à séparer la matière phosphatée de la matière « stérile ». Les déchets produits sont rejetés sous forme de boues [6, 7, 8]. Ce sont ces boues qui ont été décantées pour obtenir le matériau solide qui a fait l'objet de la présente étude.

2.2. Test au chlorure de baryum

La formation des précipités de sulfates de baryum (BaSO_4) après ajout d'une solution contenant des ions baryum est une signature de la présence des ions sulfate dans une solution. La présence des ions sulfate dans les déchets, mis en solution par attaque à l'acide chlorhydrique concentré de densité 1,18 et de pureté 36 %, a été recherchée par le test au chlorure de baryum.

2.3. Spectroscopie infrarouge

Les échantillons des déchets et d'un composé de référence (le minerai de gypse naturel) ont été soumis à la spectroscopie d'absorption infrarouge [9]. Les enregistrements des spectres IR ont été réalisés à l'aide d'un spectromètre de type Perkin Elmer Paragon 1000 dans la zone des fréquences de 400 cm^{-1} à $4\,000 \text{ cm}^{-1}$.

2.4. Dosage par la méthode gravimétrique

Le dosage du sulfate dans les déchets a été réalisé par la méthode gravimétrique. Elle consiste à précipiter tous les ions sulfates contenus dans une solution par ajout en excès des ions baryum. Le précipité de sulfate de baryum obtenu est séché puis pesé afin de déterminer le pourcentage en ion sulfate.

2.5. Spectroscopie d'absorption atomique

La méthode de spectroscopie d'absorption atomique (SAA) [10] a été utilisée pour doser le calcium dans les déchets. L'appareil utilisé est de type Thermo Electron Corporation.

2.6. Diffraction RX

La présence du gypse dans les échantillons de déchets a été étudiée par diffraction RX en utilisant la radiation $\text{K}\alpha$ du cobalt [11]. L'appareil utilisé est de type INEL CPS 120.

2.7. Analyses thermiques

Le comportement thermique des échantillons de déchets et du matériau de référence (minerai de gypse naturel) a été étudié par analyse thermique différentielle (ATD) et

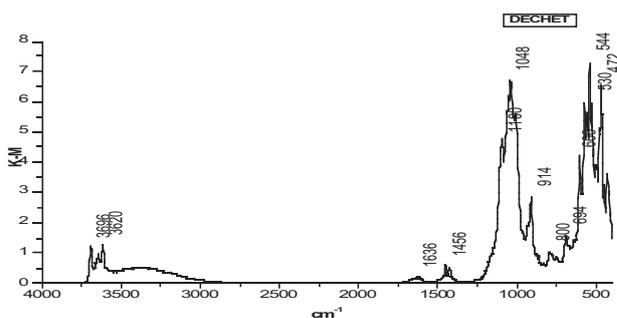
thermogravimétrie (ATG)[12]. L'appareil utilisé est le Thermo analyseur TAG – 92. L'expérience a été réalisée sous une atmosphère d'oxygène de 1 bar.

3. Résultats et discussions

Les déchets phosphatés constituent un mélange complexe [6]. Cette étude porte essentiellement sur la recherche du gypse dans ces déchets.

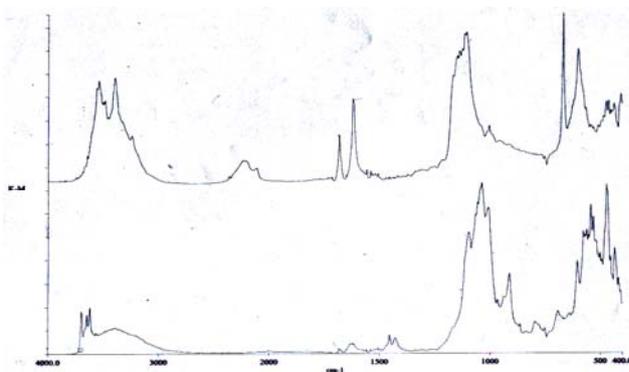
La formation de précipité suite à l'ajout de la solution du chlorure de baryum à l'échantillon de déchet mis en solution par attaque acide est une preuve de la présence des ions sulfate dans les déchets. L'existence de ces ions dans le matériau a été confirmée par la spectroscopie infrarouge. En effet, nous avons noté sur le spectre infrarouge (Figure 1) de ces déchets la présence de très fortes bandes d'absorption aux environs de $1\ 100\ \text{cm}^{-1}$ et $600\ \text{cm}^{-1}$. Ces bandes d'absorption correspondent aux fréquences de vibrations du groupement sulfate (SO_4^{2-}) [13].

Figure 1 : Spectre IR des déchets de phosphates



La comparaison des spectres infrarouges des déchets (Figure 2a) et du gypse naturel (Figure 2b) montre leur similitude avec la présence des bandes d'absorption du groupement SO_4^{2-} , confirmant ainsi la présence de ces ions dans les déchets.

Figure 2 : Comparaison des spectres IR des déchets de phosphates (2a) et du gypse naturel (2b)



Le dosage des ions sulfate par la gravimétrie montre que leur teneur moyenne dans les déchets de phosphates est de 1,5 %. La teneur moyenne de ces déchets en calcium obtenu par spectrophotométrie d'absorption atomique est d'environ 10 %. Ces teneurs confirment la présence du sulfate et du calcium dans ces déchets, ce qui est un signe de la présence du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Cependant, le pourcentage de sulfate dans le déchet est trop faible par rapport à la formulation du gypse (63 % en masse d'ions sulfate). Cette faiblesse s'explique par le fait que les déchets de phosphates sont un mélange dont les composants majeurs sont les argiles. Le pourcentage du calcium est proche de la formulation du gypse (13 %), ce qui peut s'expliquer par le fait que les déchets contiennent aussi une fraction de phosphate sous forme calcique.

Nous avons réalisé une analyse spectroscopique par diffraction X sur la poudre de déchet. Le spectre obtenu est reporté sur la figure 3. Plusieurs raies de diffraction de ce spectre ont été identifiées comme étant celles du $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [14]. Les analyses thermiques (ATD et ATG) des échantillons de déchets phosphatés (Figure 4) confirment aussi la présence de gypse.

Figure 3 : Spectre RX des déchets de phosphates ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Réf. : 03 0044)

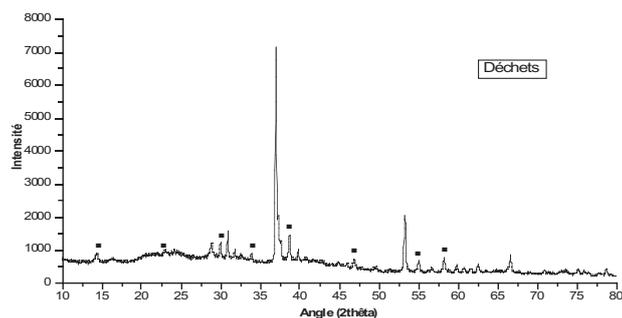
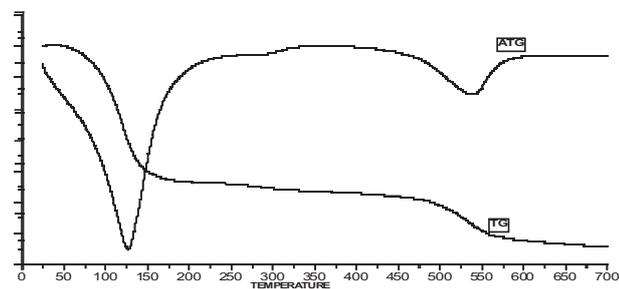


Figure 4 : Thermogrammes ATD et ATG des déchets de phosphates



La courbe d'ATD présente quatre accidents :

— le premier accident très intense aux environs de $100\ ^\circ\text{C}$ est attribué au départ de 1,5 mole de molécules d'eau pour passer à l'hémihydrate $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ (courbe d'ATG) ;

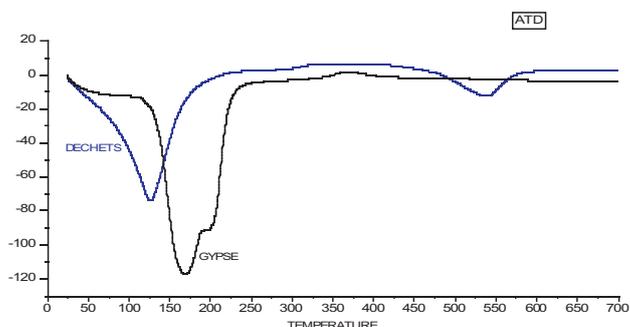
— le deuxième accident moins visible (base large du pic) qui prend fin aux environs de 250 °C est attribué au départ de la demi-mole d'eau restante pour passer à l'anhydrite III (CaSO_4) ;

— le troisième accident aux environs de 350 °C qui correspond au passage de l'anhydrite III soluble à l'anhydrite II ;

— et le quatrième accident aux environs de 500 °C serait attribué à un comportement thermique d'un autre composé contenu dans les déchets phosphatés qui sont un mélange.

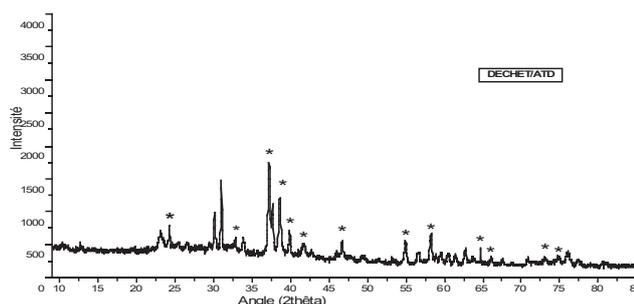
La comparaison des courbes ATD des déchets de phosphates et du gypse naturel (Figure 5), nous permet de remarquer les mêmes comportements thermiques du gypse naturel et des déchets de phosphates. Les accidents dans les déchets phosphatés ont lieu à des températures plus basses que celles du composé de référence (gypse naturel), qui est un composé plus ou moins pur. En effet, la perte de 1,5 mole d'eau dans le gypse naturel a lieu vers 150 °C pour passer à la forme hémihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) qui ensuite, finira par perdre la demi-mole d'eau restante vers 290 °C pour passer à l'anhydrite III (CaSO_4) puis à l'anhydrite II aux environs de 410 °C ; ce qui est en accord avec les résultats de l'étude thermique réalisée sur un échantillon du gypse [15]. Cette comparaison confirme que l'accident observé sur le thermogramme de l'échantillon de déchet de phosphates aux environs de 500 °C (Figure 5) est dû à la décomposition d'un composé autre que le gypse anhydre.

Figure 5 : Comparaison des thermogrammes d'ATD des déchets et du gypse



Après avoir été soumis aux analyses thermiques, l'échantillon obtenu a été passé à la diffraction RX. La majorité des raies du spectre (Figure 6) sont identifiées à celles du sulfate de calcium anhydre (CaSO_4) [16]. Ce qui confirme d'une part le départ des molécules d'eau après le traitement thermique de l'échantillon, et d'autre part la présence du gypse dans les déchets phosphatés.

Figure 6 : Spectre RX du déchet de phosphate après traitement thermique (CaSO_4 , Réf. : 30 0279)



4. Conclusion

La réduction de la pollution due au rejet des déchets phosphatés dans la mer de la façade atlantique du Togo passe par la valorisation de ces déchets minéraux. C'est dans ce cadre qu'une recherche du gypse de ces déchets a été effectuée.

Les résultats des différentes analyses physicochimiques réalisées conduisent à la conclusion que le gypse est présent dans les déchets de phosphates. Les tests au chlorure de baryum et la spectroscopie infrarouge ont révélé la présence des ions sulfate dont la teneur moyenne est de 1,5 %. Les déchets contiennent aussi du calcium dont le dosage par spectrophotométrie d'absorption atomique a permis d'obtenir une teneur moyenne de près de 10 %. La diffraction X et les analyses ATD et TG des échantillons des déchets ont permis de conclure que la présence des ions sulfate et du calcium est due en partie à l'existence du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans les déchets. La suite de ce travail consistera à mettre au point une méthode de récupération et de valorisation du gypse utilisable dans l'élaboration de matériaux de construction.

Remerciements :

Les auteurs remercient la Société des Ciments du Togo (CIM-TOGO) pour son soutien matériel et financier pour la réalisation de ce travail.

Références bibliographiques

- [1], NOUNAH A., (1992), *Les apatites calcocadmées : Introduction ; localisation et extraction du cadmium*, Thèse n° 577, Institut national polytechnique de Toulouse (France).
- [2], Mc CONNELL, (1973), *Apatite its Crystal Chemistry, Mineralogy Utilisation and Biologic Occurrence*, Appl. Miner., n° 5, New York.

[3], SLANSKY M., (1977), *Disponibilité et besoins futurs en minerais phosphates*, BRGM.

[4], *Gypse et anhydrite*,
<http://www.rncan.gc.ca/mms/c.y/contenu/2002/34.pdf>

[5], *Le plâtre*,
<http://www.perso.orange.fr/smart2000/le%20platre.htm>

[6], JOHNSON C, (1987), *Le bassin côtier à phosphate du Togo*, Thèse, Université de Bourgogne (France).

[7], GNANDI K. (1998), *Cadmium et autres polluants inorganiques dans les sols et les sédiments de la région côtière du Togo : une étude géochimique*, Thèse, Université Friedrich Alexander, Erlangen-Nuremberg, République Fédérale d'Allemagne.

[8], BODJOK K. (2003), *Etude chimique de l'impact sur l'environnement du rejet des effluents du traitement des phosphates de Hahotoé-Kpogamé (Togo) dans la mer*, Mémoire d'ingénieur de travaux en gestion de l'eau et de l'environnement, Université de Lomé (Togo).

[9], HANNAH R. N., SWINEHARRT J. S., (1974), *Experiment in techniques of infrared spectroscopy*, Perkin-Elmer, ed. Norwalk Conn.

[10], PINTA M., (1972), *Spectrophotométrie d'absorption atomique*, Tome II, ed. Masson et Cie-Ostrom.

[11], [E:\Diffraction des rayons X – Cristallographie.html](#)

[12], [file://E:\ATD-TG \(Myriam \).html](file://E:\ATD-TG (Myriam).html).

[13], TCHANGBEDJI G. (1993), *Synthèse, caractérisation physico-chimique et étude de comportement du nouvel oxy sulfure de vanadium*, Thèse, Université de Nantes.

[14], A.S.T.M., Powder diffraction n° 03 0044.

[15], *Exemple de la prise du plâtre. Etude par diffraction X et analyse thermique* <file://E:\Applications Diffraction X.htm>

[16], A.S.T.M., Powder diffraction n° 30 0279.

DÉCHETS SCIENCES & TECHNIQUES,

REVUE FRANCOPHONE D'ÉCOLOGIE INDUSTRIELLE

SAP - 9, rue de l'Arbre Sec - 69281 LYON CEDEX 01

Mèl : olivier.guichardaz@pro-environnement.com

Service abonnement : SAP/DPE - Service abonnement - 9, rue de l'Arbre Sec - 69281 LYON CEDEX 01-

Tél. : 04 72 98 26 69 - Fax : 04 72 98 26 80

N° de commission paritaire : 0307 T 88295 - N° ISSN : 0753-3454. - Photocomposition SAP

Principaux associés : DPE