

# *Université Assane SECK de Ziguinchor*



*UFR Sciences et Technologies  
Département de Chimie*



*Mémoire de Master*

*Spécialité : Chimie du Solide et des Matériaux*

***DETERMINATION DE LA COMPOSITION CHIMIQUE ET  
CARACTERISATION MINERALOGIQUE D'UN CHANTILLON DE SOL  
PRELEVE DANS LE GISEMENT DE NIAFRANG (CASAMANCE)***

*Présenté par : Mr. Albert DIATTA*

*Soutenu publiquement le 25/04/2017 devant le jury composé de :*

***Président***

Pr. Magatte CAMARA

*Enseignant-Chercheur, UASZ*

***Rapporteur***

Dr. Abdou MBAYE

*Enseignant-Chercheur UASZ*

***Examineurs***

Dr. Papa Aly GAYE

*Enseignant-Chercheur UASZ*

Dr. Anastasie MANGA

*Enseignante-Chercheure UASZ*

***Directeur de mémoire***

Dr. Mamadou LO

*Enseignant-Chercheur UASZ*

## ***SOMMAIRE***

<b>DEDICACES .....</b>	<b>iv</b>
<b>REMERCIEMENTS.....</b>	<b>v</b>
<b>LISTE DES FIGURES.....</b>	<b>vi</b>
<b>LISTE DES TABLEAUX.....</b>	<b>vii</b>
<b>ABREVIATIONS .....</b>	<b>viii</b>
<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>2</b>
<b>CHAPITRE I : GENERALITE SUR LES MINERAUX.....</b>	<b>4</b>
<b>I- Propriétés des minéraux .....</b>	<b>4</b>
<b>I-1. Propriétés physiques .....</b>	<b>4</b>
I-1.1. La forme .....	4
I-1.2. La couleur.....	4
I-1.3. L'éclat.....	4
I-1.4. La dureté.....	5
I-2. Propriété chimique .....	5
<b>II- Classification des minéraux .....</b>	<b>5</b>
II-1. Proportions des éléments chimiques.....	5
II-2. Les différentes classes des minéraux .....	6
<b>III- Utilisation des minéraux .....</b>	<b>7</b>
<b>CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES ANALYTIQUES .....</b>	<b>9</b>
<b>I- Echantillonnage .....</b>	<b>9</b>
<b>II- Méthodes Analytiques .....</b>	<b>9</b>
II-1. Microscopie électronique à balayage couplée à une énergie dispersive X-ray Spectrométrie MEB-EDX.....	9

II-1.1. Principe de la MEB-EDX .....	10
II-1.2. Appareillage .....	11
II-2. Diffraction des rayons X (DRX) .....	11
II-2.1. Principe de la méthode.....	11
II-2.2. Appareillage .....	13
<b>CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS.....</b>	<b>15</b>
<b>I- Présentation de la zone de prélèvement .....</b>	<b>15</b>
<b>II- Microscopie électronique à balayage couplée à une énergie dispersive X-ray Spectrométrie MEB-EDX.....</b>	<b>16</b>
<b>III- Diffraction des rayons X (DRX).....</b>	<b>19</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>23</b>
<b>ANNEXES .....</b>	<b>25</b>
<i>ANNEXE 1 .....</i>	<i>25</i>
<i>ANNEXE 2 .....</i>	<i>30</i>

## *DEDICACES*

Ce mémoire est dédié à mon oncle feu ABDOU SAGNA

A mes parents : Edmond, Léontine SAGNA et Marie DIABANG aucune dédicace ne pourrait exprimer la profondeur de mes sentiments pour vous. C'est avec un grand Amour démesuré que je vous offre ce modeste travail en hommage. Ce dernier ne sera jamais assez pour tous vos sacrifices et abnégation pour me donner une bonne éducation. Que DIEU vous prête longue vie afin que je puisse toujours vous venir en aide ;

A toute la famille DIATTA de "Palèling" depuis HILLOL, merci pour tout ce que vous faites pour moi ;

A ma tutrice et ses fils, ainsi que tous mes amis du quartier notamment de la J.A, pour toutes ces années que j'ai passées avec vous. Celui-ci restera une tache indélébile dans mon esprit, soyez en rassuré. Que DIEU vous bénisse et vous récompense pour tout ce que vous avez fait pour moi ;

A vous mes frères et sœurs : Joséphine, Léontine C., Madeleine, Etienne, Viviane, Nina, Véronique, Mimi, Adama, Marie, Hélène, Cyprien et Juliette ;

A mes très chers amis Sidi DIABANG, Georges DIEME et Prosper DIATTA, les mots ne me seront pas suffisants pour vous définir ma profonde gratitude ;

A tous les jeunes de mon village natal HILLOL et à l'Amicale des Etudiants de la Commune de Kafountine à Ziguinchor ;

Je vous dédie ce modeste travail, qu'il vous serve d'exemple, de courage et de détermination.

## **REMERCIEMENTS**

Je tiens tout d'abord à remercier le Dr. Mamadou LO pour l'intérêt constant qu'il a porté à ce travail en acceptant de diriger cette étude, par sa disponibilité, ses orientations. Il m'a appris au cours de ce temps son savoir-faire, son ouverture d'esprit, ses méthodes de raisonnement et ses remarques fructueuses qui m'ont été d'une grande utilité. Je lui serai toujours reconnaissant de m'avoir communiqué sa passion avec tant de simplicité et de patience. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

J'associe à ces remerciements aux membres du jury composé de, Professeur Magatte CAMARA, Responsable du Master Chimie du Solide et des Matériaux, Dr. Abdou MBAYE, Dr. Papa Aly GAYE et Dr. Anastasie MANGA qui ont accepté de participer à ce Jury et de juger ce travail.

J'exprime ici ma profonde gratitude à l'égard des personnes suivantes : Pr Cherif BALDE, Dr Mbaye D. MBAYE, Pr Abdoulaye GASSAMA et Dr Saïdou N. DIOP Enseignant chercheur au Département de Chimie de l'Université Assane SECK de Ziguinchor Et enfin Mme CAMARA, Technicienne du Laboratoire au Département de Chimie de l'Université Assane SECK de Ziguinchor.

Nous sommes très sensible à l'honneur des membres du laboratoire du département de génie civil de l'INSA de Rennes et de l'Université du Québec à Trois-Rivières 3351, boulevard des Forges, Trois-Rivières (Québec), Canada, G9A 5H7 pour avoir analysé notre échantillon. Qu'ils trouvent dans ce travail l'expression de notre profonde reconnaissance.

Nous présentons nos vifs remerciements aux Doctorants : I. BADIANE, A. M. BADIANE, A. DIATTA, M. R. MENDY, M. S. SYLLA, O. SAMBOU, M. DIALLO, I. GOUDIABY, M. C. FAYE, Y. KONTE, D. NDIAYE, qui nous ont fourni de nombreux renseignements et ont partagé leurs connaissances. Très souvent, ils nous ont conviés à profiter de leur expérience aussi enrichissante qu'agréable et dont nous gardons le meilleur souvenir. Qu'ils reçoivent les marques de notre plus profonde reconnaissance.

Je n'oublierai pas mes camarades de promotion : Aliou DIEDHIOU, Salamon L. DIATTA, Dioulomola A. SAGNA, Madia DIAWARA, Karamba BA, Sadia A. B. BADJI, Bakary SONKO, Abdoulaye DIATTA, Landing Badji, Abraham SAMBOU, pour leurs suggestions et critiques apportées à ce document. Nulle formule ne pourra exprimer à quel point j'ai été sensible à leur dévouement. Et je n'oublie pas également les autres camarades étudiants, merci à vous.

## **LISTE DES FIGURES**

<i>Figure 1: Interaction d'électrons avec l'échantillon</i> .....	10
<i>Figure 2: Principe de la diffraction sur poudre</i> <sup>[15]</sup> .....	12
<i>Figure 3: Définition des angles dans le montage Bragg-Brentano</i> .....	12
<i>Figure 4: Carte de localisation du gisement de Niafrang</i> <sup>[17]</sup> .....	16
<i>Figure 5: Image du MEB-EDX a) échantillon brut b) échantillon métallisé</i> .....	16
<i>Figure 6: Spectres du MEB-EDX de l'échantillon brut</i> .....	17
<i>Figure 7: Spectres du MEB-EDX de l'échantillon métallisé</i> .....	17
<i>Figure 8: Diffractogramme de l'échantillon</i> .....	19
<i>Figure 9(annexe 1): Spectres du MEB-EDX de l'échantillon brut</i> .....	26
<i>Figure 10 (annexe 1): Spectres du MEB-EDX de l'échantillon métallisé</i> .....	29

## ***LISTE DES TABLEAUX***

Tableau 1: <i>Dureté des minéraux selon l'échelle de Mohs</i> .....	5
Tableau 2: <i>Pourcentage des éléments chimiques</i> .....	5
Tableau 3: <i>Pourcentage (%) des éléments pour chaque spectre échantillon brut</i> .....	17
Tableau 4: <i>Pourcentage (%) des éléments pour chaque spectre échantillon métallisé</i> .....	18
Tableau 5: <i>Pourcentage des minéraux de l'échantillon sur la DRX</i> .....	20
Tableau 6 (annexe 2) .....	30

## ***ABREVIATIONS***

MEB-EDX : Microscopie Electronique à Balayage couplée à énergie dispersive X-ray  
Spectrométrie

DRX : Diffraction des Rayons X



# **INTRODUCTION GENERALE**

## ***INTRODUCTION***

**D**epuis plusieurs siècles, l'homme utilise des minéraux <sup>[1]</sup>. La minéralogie, ou science des minéraux, a récemment pris un essor considérable qui reste très peu développer. Elle est devenue une science multidisciplinaire qui s'est invitée dans de nombreux débats scientifiques : de la stratégie économique et politique, la production des matériaux, la protection de l'environnement, la préservation du patrimoine culturel et de la santé humaine <sup>[2]</sup>.

Alors que la consommation des minéraux tend à se généraliser, leur production reste très peu développée dans certains pays en voie de développement. Au Sénégal, le sous-sol offre une grande diversité de substances minérales <sup>[3]</sup>. Dans la région de la Casamance, la plupart des matériaux fabriqués à partir des minéraux sont importés, peut-être que la région regorge d'important gisement de minéraux. Cela s'explique par une sous-estimation de leur potentiel économique et le déficit de recherche scientifique de ces gisements.

Présentée comme une zone de gisement de zircon et d'autres minéraux non définis, l'importance économique que le gouvernement sénégalais porte à ce gisement et l'insuffisance d'infrastructure de la localité nous ont motivés. C'est dans ce contexte que nous avons visé comme objectif l'étude de la composition chimique et de la caractérisation minéralogique à partir d'un échantillon prélevé dans le gisement du village de Niafrang.

Le mémoire s'articule autour des trois grandes parties suivantes :

- Généralité sur les minéraux ;
- Les matériels et les méthodes analytiques ;
- Les résultats et discussions.

Enfin nous finirons par une conclusion dans laquelle nous évoquerons quelques perspectives dans le cadre d'un développement ultérieur de ce travail.

# CHAPITRE I :

## GENERALITE SUR LES MINERAUX

# **CHAPITRE I : GENERALITE SUR LES MINERAUX**

Un minéral est une substance inorganique, composé d'un élément ou d'un ensemble d'éléments chimiques. C'est un corps solide possédant un ensemble de propriétés caractéristiques et ayant une composition chimique bien déterminée. Les minéraux sont des constituants qui apparaissent naturellement dans la croûte terrestre.

Il existe cependant des minéraux liquides : l'eau, le pétrole et le mercure <sup>[4]</sup>.

Jusqu'à nos jours, plus de 4000 minéraux différents ont été découverts <sup>[5]</sup>.

Tout minéral possède des propriétés physiques et chimiques qui permettent de le distinguer des autres. Ces propriétés sont utiles dans la reconnaissance et l'identification des minéraux.

## ***I- Propriétés des minéraux***

### ***I-1. Propriétés physiques***

#### **I-1.1. La forme**

La forme d'un minéral correspond à l'arrangement des atomes selon un espacement et une symétrie bien précise. Elle dépend de la composition chimique et de la géométrie <sup>[5]</sup>. Certains minéraux se présentent souvent dans la nature sous plusieurs formes (cubique, en prisme, en pyramide) qui permettent de retrouver la maille cristalline. Les minéraux ont une géométrie mal définie (à l'extérieur) malgré une organisation atomique bien présente (à l'intérieur) <sup>[6]</sup>.

#### **I-1.2. La couleur**

La couleur est souvent considérée comme l'un des critères les plus importants dans la reconnaissance des minéraux. La couleur est un effet visuel, résultant de l'interaction entre la lumière (énergie) et les électrons des atomes constituant la matière <sup>[2]</sup>.

Elle est aussi un des éléments les plus attractifs, comme le vert ou le bleu. Or, s'il est vrai que certains minéraux ont une couleur propre (vert de la malachite), alors que d'autres se présentent sous différentes couleurs telles que le quartz (plusieurs couleurs) <sup>[5]</sup>.

#### **I-1.3. L'éclat**

L'éclat représente la manière dont un minéral réfléchit la lumière. Il est indépendant de la couleur et caractérise la luminosité des minéraux. On distingue deux grandes catégories :

l'éclat métallique, qui brille comme le métal, et l'éclat non métallique que l'on décrit par des termes comme vitreux, gras, adamantin, résineux, soyeux, etc. <sup>[5]</sup>

### **I-1.4. La dureté**

La dureté d'un minéral correspond à sa résistance à se laisser rayer. Elle est variable d'un minéral à un autre. Certains minéraux sont très durs, comme le diamant, d'autres plutôt tendres, comme le talc.

Une échelle est utilisée par les minéralogistes pour déterminer la dureté. Elle est basée sur dix minéraux, classés du plus tendre au plus dur, d'un à dix. Elle a été construite par le minéralogiste autrichien Friedrich Mohs et se nomme par conséquent l'échelle de Mohs <sup>[7]</sup>.

**Tableau 1: Dureté des minéraux selon l'échelle de Mohs <sup>[7, 8]</sup>**

Indice de qualité	Dureté	Minéraux
1	Rayable à l'ongle	Talc
2		Gypse
3	Rayé par une pièce en cuivre	Calcite
4	Rayé par la lame d'acier d'un canif	Fluorine
5		Apatite
6		Orthose
7	Raye facilement le verre	Quartz
8		Topaze
9		Corindon
10		Diamant

Les minéraux possèdent aussi une propriété magnétique qui est la capacité de certains minéraux riches en fer à réagir avec un aimant.

### **I-2. Propriété chimique**

La solubilité qui est la propriété d'un minéral à se dissoudre dans un solvant (acide chlorhydrique).

## ***II- Classification des minéraux***

### **II-1. Proportions des éléments chimiques**

Le *tableau 2* présente la proportion des éléments chimiques les plus abondants dans la croûte terrestre <sup>[9]</sup>.

Ces éléments sont souvent en association entre eux pour former des minéraux. Ainsi Le Silicium et l'Oxygène représentent presque 75% de la croûte terrestre.

**Tableau 2: Pourcentage des éléments chimiques <sup>[9]</sup>.**

Les éléments chimiques	Pourcentage de la croûte terre (%)
Oxygène (O)	46,6
Silicium (Si)	27,7
Aluminium (Al)	8,1
Fer (Fe)	5,0
Calcium (Ca)	3,6
Sodium (Na)	2,8
Potassium (K)	2,6
Magnésium (Mg)	2,1
les autres	1,5

## **II-2. Les différentes classes des minéraux**

La notion d'espèce minérale repose sur deux entités complémentaires qui sont la composition chimique et la structure cristalline. Toute classification doit donc prendre en considération ces deux critères, mais la plus universelle est basée sur la composition chimique, plus précisément sur le type d'anion ou du groupe anionique de la formule <sup>[10]</sup>.

On distingue ainsi les neuf classes suivantes <sup>[11]</sup> :

### **Classe I : Les éléments natifs**

Un élément natif est un corps chimique qui ne peut se décomposer en corps plus simple. Il représente 3 à 4% des espèces. Les métaux existent sous forme d'éléments natifs (constituants purs) ou plus généralement d'alliages comme l'argent (Ar), l'arsenic (As), le carbone (C)...

### **Classe II : Les sulfures**

Ils constituent 15 à 20% des minéraux. Le groupement anionique ne contient que du soufre, les plus courants étant la pyrite ( $\text{FeS}_2$ ) et la galène ( $\text{PbS}_2$ ).

### **Classe III : Les halogénures**

Ils ont comme groupe anionique l'halogène. Cette classe correspond entre 5 à 6% des espèces minérales. Le plus connu est l'halite ( $\text{NaCl}$ ) ou sel gemme.

### **Classe IV : Les oxydes**

La quatrième classe regroupe les minéraux dont le groupement anionique est constitué d'oxygène. 14% des minéraux sont des oxydes, comme l'hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) et le spinelle ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ).

### **Classe V : des hydroxydes**

Le groupement anionique de cette classe est l'hydroxyle ( $\text{OH}^-$ ), avec 3% des minéraux et comprend la goethite  $\text{FeO}(\text{OH})$ , le brucite  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ...

### **Classe VI : Carbonates**

Le groupement anionique est le carbonate  $\text{CO}_3^{2-}$ . Ils font 9% des espèces connues, parmi elles nous avons la calcite  $\text{CaCO}_3$  ...

#### **Classe VII : Sulfates**

Cette classe représente 10% des minéraux et se définit par le groupement radical  $\text{SO}_4^{2-}$  : barytine  $\text{BaSO}_4$ .

#### **Classe VIII : Phosphates**

Avec 16%, ils contiennent le groupement  $\text{PO}_4^{3-}$  : l'apatite.

#### **Classe IX : Silicates**

Les silicates représentent plus d'un quart des minéraux à la surface du globe. Ils sont caractérisés par le tétraèdre  $\text{SiO}_4^{4-}$  comportant un atome de silicium au centre et des atomes d'oxygène aux quatre sommets comme le quartz, la sillimanite...

### ***III- Utilisation des minéraux***

Dès le début de son existence sur la terre, l'homme a commencé à s'intéresser aux substances naturelles et à les utiliser. Leur utilisation va se répandre dans le monde avec des vitesses variables. L'exploitation des mines pose de nombreux problèmes, et fait donc intervenir de nombreux domaines des sciences.

De nos jours, des minéraux sont utilisés dans la fabrication du verre (la silice), des céramiques (pegmatite), de la peinture (le titane), des composants électroniques (la tantalite), des produits cosmétiques (le talc), des emballages alimentaires (l'aluminium), des médicaments et bien d'autres produits.

La connaissance des propriétés, de la classification et des domaines d'utilisations des minéraux sont la base de la minéralogie avant toute étude. Il convient pour nous de faire l'échantillonnage sur le gisement suivi des analyses avec les matériels choisis.

**CHAPITRE II :**  
**MATERIELS ET METHODES**  
**ANALYTIQUES**



## **CHAPITRE II : MATÉRIELS ET MÉTHODES ANALYTIQUES**

Dans ce deuxième chapitre, nous allons tout d'abord présenter la méthode de prélèvement de notre échantillon et les matériels et méthodes de l'analyse chimique et de la caractérisation minéralogique utilisée pendant cette étude.

### ***I- Echantillonnage***

Pour rappel des travaux de prospection en vue de l'exploitation du zircon ont été réalisés sur le site. Dans le cadre de ses recherches, le groupe Carnegie-Astron (société attribuée pour l'exploitation) a extrait en plusieurs endroits du gisement des quantités importantes de sable. Ainsi dans notre travail nous avons fait un prélèvement de l'échantillon sur plusieurs points pris au hasard avec une tasse de verre. Cette quantité est mise dans une bouteille.

### ***II- Matériels et Méthodes Analytiques***

Les matières premières du gisement qui sont à la base d'éléments chimiques diverses, sont des mélanges naturels de minéraux dont la caractérisation requiert l'utilisation des méthodes analytiques pour déterminer leurs compositions chimiques et minéralogiques.

Les mesures du MEB-EDX ont été réalisées au laboratoire de l'Université du Québec à Trois-Rivières au 3351, boulevard des Forges, Trois-Rivières (Québec), Canada, G9A 5H7, alors que celles de la DRX au Laboratoire de INSA de Rennes, Institut des Sciences Chimiques de Rennes'' FRANCE, 20 avenue des buttes de Goésmes F35708 Rennes.

#### **II-1. Microscopie électronique à balayage couplée à une énergie dispersive X-ray Spectrométrie MEB-EDX**

Pour une analyse de la composition des éléments nous avons décidé de faire une étude au MEB-EDX. L'échantillon a été analysé brut avec un agrandissement  $G=100$  puis métallisé avec un agrandissement  $G=500$ . Dans chaque cas, une analyse globale et des analyses pointées (trois pour l'échantillon brut et cinq pour le métallisé) ont été faites.

La métallisation consiste à rendre plus conducteurs l'échantillon en le couvrant avec une couche fine de métal. Elle élimine les effets de charge dus à l'irradiation de la surface par le faisceau d'électron. Il existe deux manières de métallisation :

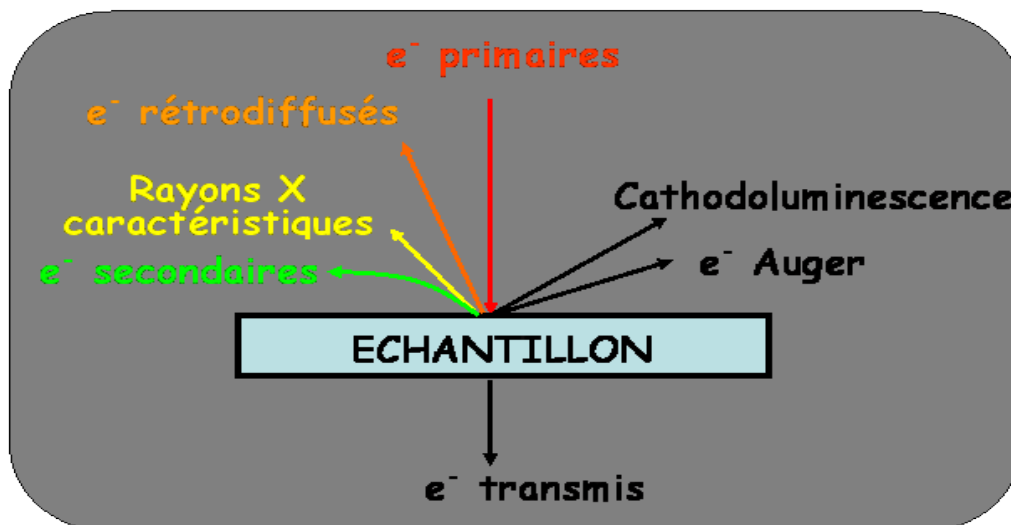
La pulvérisation cathodique qui consiste à placer sur l'échantillon des atomes arrachés sur un morceau de métal par l'argon ionisé dans une enceinte à vide partiel.

Et l'évaporation qui repose sur la disparition de filament d'un métal chauffé dans un vide poussé. Les atomes de ce métal vont se déposer sur l'échantillon.

Les métaux utilisés sont ceux qui possèdent une faible résistivité à cause de leur facilité à émettre des électrons secondaires (l'or, le platine, l'argent...).

### **II-1.1. Principe de la MEB-EDX**

Cette technique consiste à bombarder la surface d'un échantillon avec un faisceau d'électrons. L'interaction de ce faisceau d'électrons avec la matière engendre l'émission de différents types d'électrons, porteurs de plusieurs informations. En imagerie par MEB, les principaux électrons détectés sont les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés <sup>[12]</sup>.



**Figure 1: Interaction d'électrons avec l'échantillon <sup>[12]</sup>**

Le spectre d'émission est traité et permet l'identification des atomes (à l'exception des éléments légers c'est-à-dire dont le numéro atomique est inférieur à celui du bore (B)) en fonction de leurs niveaux d'énergie. On réalise ensuite des cartes en associant une couleur à certains éléments analysés et on visualise la morphologie de l'échantillon. On peut ainsi obtenir une analyse qualitative des éléments chimiques présents dans l'échantillon. Il s'agit plutôt d'une analyse de surface de l'échantillon <sup>[12]</sup>.

L'échantillon analysé est : une surface globale ou un point dont la position est choisie par l'utilisateur.

D'après la microanalyse par EDX nous avons :

- L'analyse qualitative, pour la détermination des éléments présents dans l'échantillon.
- L'analyse quantitative, pour permettre de préciser les concentrations exactes des éléments dans chaque zone choisie.

### **II-1.2. Appareillage**

La Microscopie électronique à balayage couplée à une énergie dispersive X-ray Spectrométrie MEB-EDX de marque JEOL, modèle JSM-5500 MEB, a été utilisé. La tension d'accélération utilisée pour l'analyse MEB-EDX est de 15Kev.

Ainsi le traitement par cette technique permet de voir la morphologie de l'échantillon et de déterminer les pourcentages locaux de chaque élément chimique.

### **II-2. Diffraction des rayons X (DRX)**

Pour une étude minéralogique nous avons jugé nécessaire de passer notre échantillon à la diffraction des rayons X. Les rayons X, comme toutes les ondes électromagnétiques, provoquent un déplacement du nuage électronique par rapport au noyau des atomes.

#### **II-2.1. Principe de la méthode**

De manière générale, le principe de la diffraction des rayons X consiste à appliquer une longueur d'onde des rayons X ( $0,1 \text{ nm} < \lambda < 10 \text{ nm}$ ) sur un échantillon. Le rayonnement pénètre l'échantillon, puis il y a une absorption d'une partie de l'énergie et ensuite une excitation des atomes. Les radiations émises par des plans réticulaires qui sont en phase vont engendrer un faisceau cohérent qui pourra être détecté <sup>[13, 14]</sup>. La condition pour que les radiations soient en phase s'exprime par la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Avec

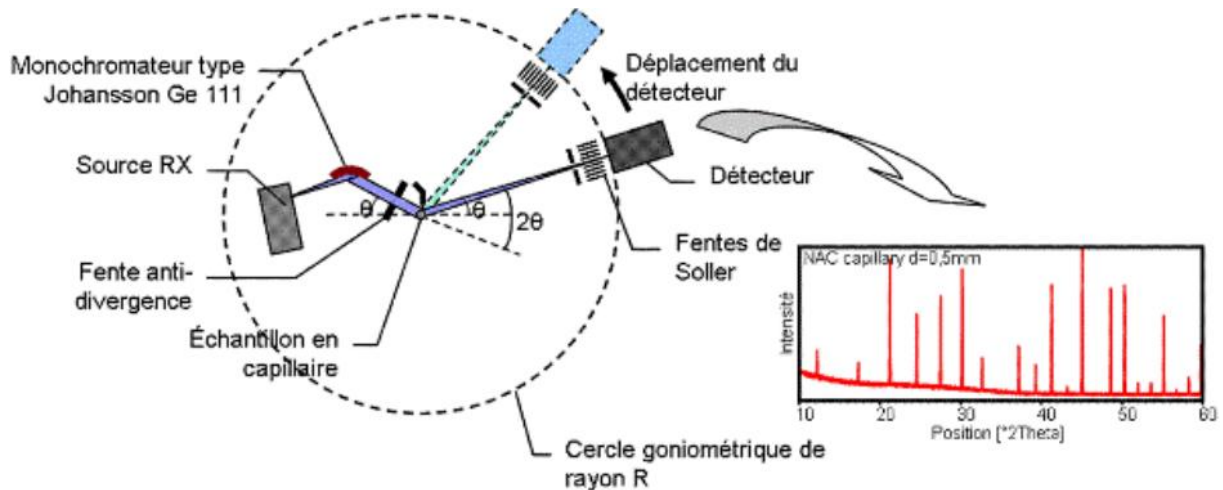
n : nombre entier correspondant à l'ordre de réflexion

$\lambda$  : longueur d'onde du rayonnement utilisé

d : distance entre les plans réticulaires en Angströms

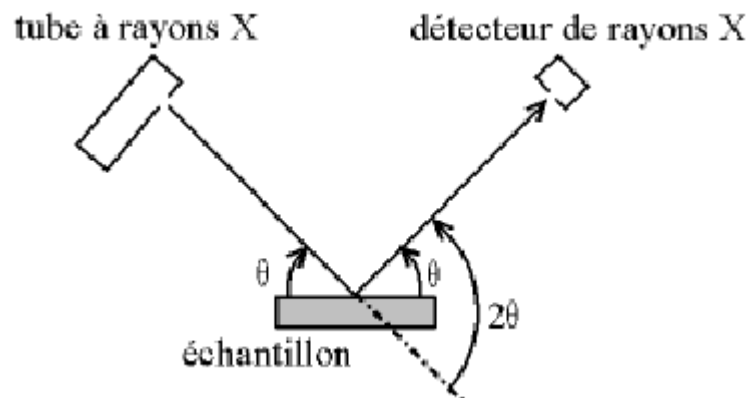
$\theta$  : angle d'incidence du rayon

Par conséquent, un faisceau de rayons X sortant d'une fenêtre converge à travers une fente sur une plaque de verre sur laquelle est étalé l'échantillon. Les rayons diffractés sont recueillis par un détecteur qui envoie le message à un microordinateur par l'intermédiaire d'un système d'amplification.



**Figure 2: Principe de la diffraction sur poudre** <sup>[15]</sup>

La figure 3 donne un schéma simplifié définissant les angles dans le montage de Bragg-Brentano. Dans ce montage de Bragg-Brentano en  $\theta/2\theta$ , le tube à rayons X est fixe alors que l'échantillon et le détecteur peuvent être mobiles puisque le plan de l'échantillon fait un angle  $\theta$  avec le faisceau incident et le détecteur fait un angle  $2\theta$  avec le même faisceau.



**Figure 3: Définition des angles dans le montage Bragg-Brentano** <sup>[16]</sup>

La diffraction des rayons X permet d'abord d'évaluer la cristallinité des minéraux. Il existe plusieurs diffractomètres, selon le renseignement que l'on désire obtenir : identification minéralogique simple ou structure cristalline conformément à la nature du matériau, différentes analyses sont possibles.

### **II-2.2. Appareillage**

En ce qui nous concerne, nous avons fait une identification minéralogique simple pour une meilleure connaissance de base de nos minéraux et leurs angles de diffraction. Cette analyse a été faite grâce à un diffractomètre de type XPERT équipé d'un détecteur Gonio, d'un rayon géométrique de 240mm, d'une cathode en cuivre 1,5406 Å, alimenté par un courant de 40 mA, sous une tension de 45 kV, à une température de 25°C et des angles de diffraction  $2\theta$  compris entre 5 et 75°.

Ces méthodes d'analyses sont d'une grande importance dans le cadre de notre travail. Ainsi dans le chapitre suivant nous allons présenter des résultats obtenus et les discuter.

# **CHAPITRE III :**

# **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## **CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS**

Ce chapitre s'articule autour de trois parties : la première présente la zone de prélèvement, la deuxième expose la composition des différents éléments chimiques dans notre échantillon et leurs abondances et la troisième caractérise les différents minéraux correspondants.

### ***I- Présentation de la zone de prélèvement***

Niafrang est un village qui se trouve dans la région de Ziguinchor, département de Bignona et plus précisément dans la commune de Diouloulou. Il se situe au nord-ouest de la Basse Casamance, entre le fleuve de la Gambie et l'Océan atlantique.

La Basse Casamance fait partie du bassin Sénégal-Mauritanien, elle a subi une longue histoire sédimentaire du Jurassique au Miocène. La morphologie actuelle est peu accidentée. Elle est constituée de bas-fonds, de versants, de plateaux, de dunes, de mangroves et de rizières (**voir figure 4**).

Le gisement porte le nom de Niafrang puisque étant le village le plus proche. Le gisement est constitué de dune fossile de six kilomètre de longueur sur une largeur moyenne de 200 mètres, à quelques encablures du rivage, dont elle est séparée par une mangrove large de 200 à 300 mètres, de part et d'autre de l'embouchure de la rivière Allahein, frontière naturelle entre le Sénégal et la Gambie <sup>[17]</sup>. Le village est majoritairement composé d'ethnie diola. Son économie repose sur l'agriculture, le tourisme et la pêche. En effet la production future du zircon va permettre la création d'emploi et le développement de la localité. Cependant la population craint les conséquences environnementales de l'exploitation de ce gisement de zircon et d'autres minéraux non définis.

Dans cette zone, pourtant classée Aire marine protégée, la dune que le groupe Carnegie-astron prévoit d'exploiter protège les rizières et les habitations et sert également de digue naturelle contre l'avancement de la mer et l'érosion côtière. L'exploitation du zircon présente aussi des risques de disparition de la mangrove, des produits halieutiques et de la santé des habitants. A cela, s'ajoute le conflit casamançais. En exploitant cette réserve, le Sénégal serait le troisième pays producteur de zircon à l'échelle mondiale derrière l'Australie et l'Afrique du Sud <sup>[18]</sup>.

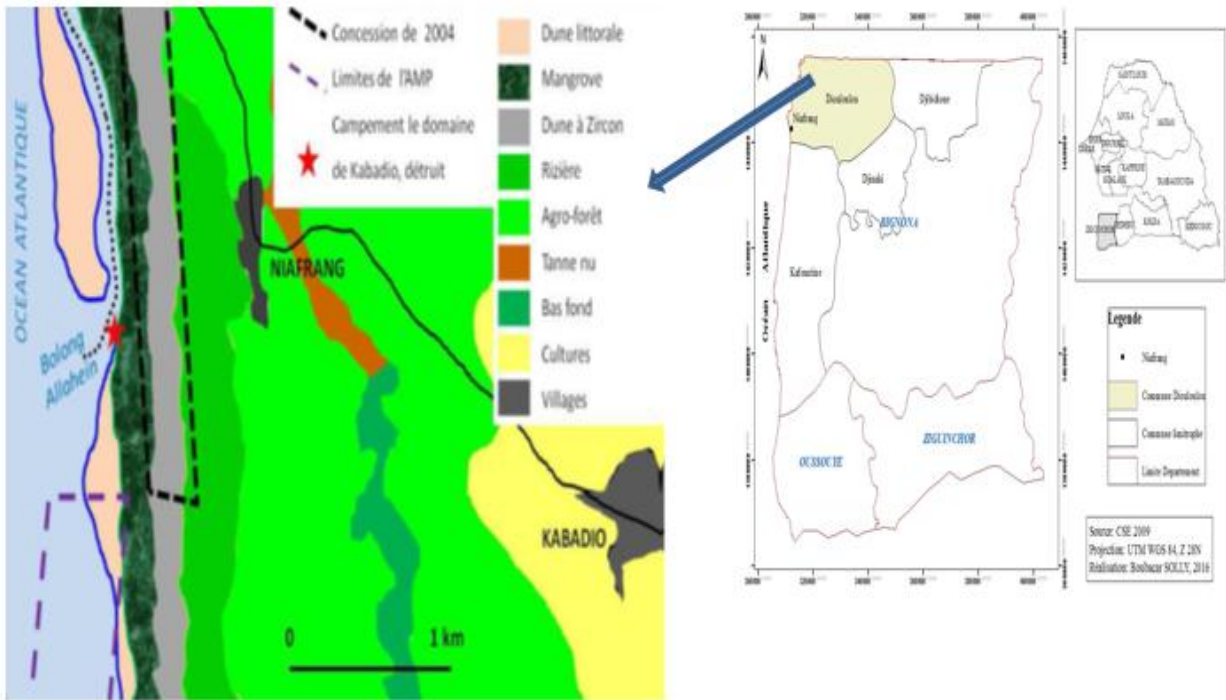


Figure 4: Carte de localisation du gisement de Niafrang<sup>[17]</sup>

## II- Microscopie électronique à balayage couplée énergie dispersive X-ray Spectrométrie MEB-EDX

L'analyse par le MEB-EDX, nous permet d'avoir accès non seulement à la morphologie mais aussi à la taille des particules qui composent l'échantillon.

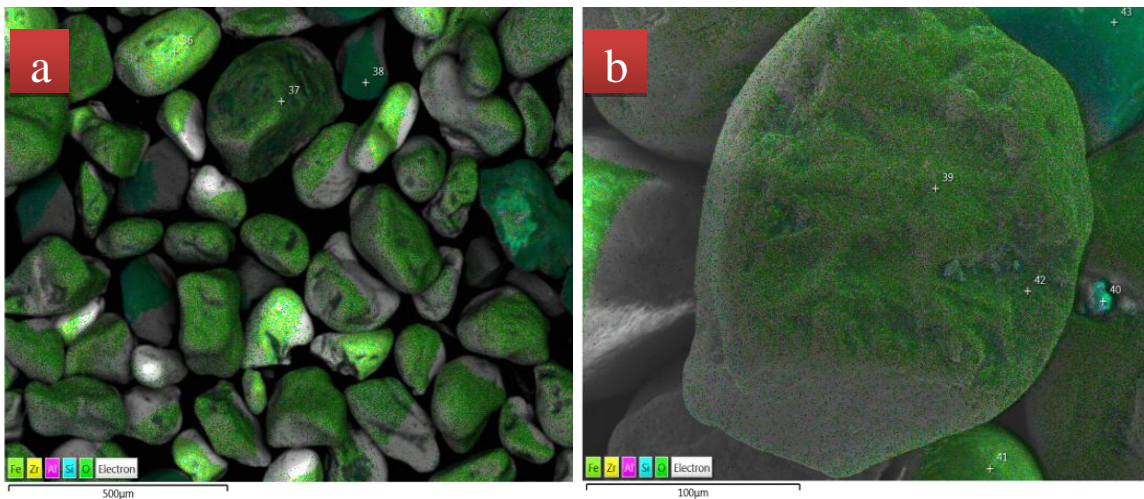
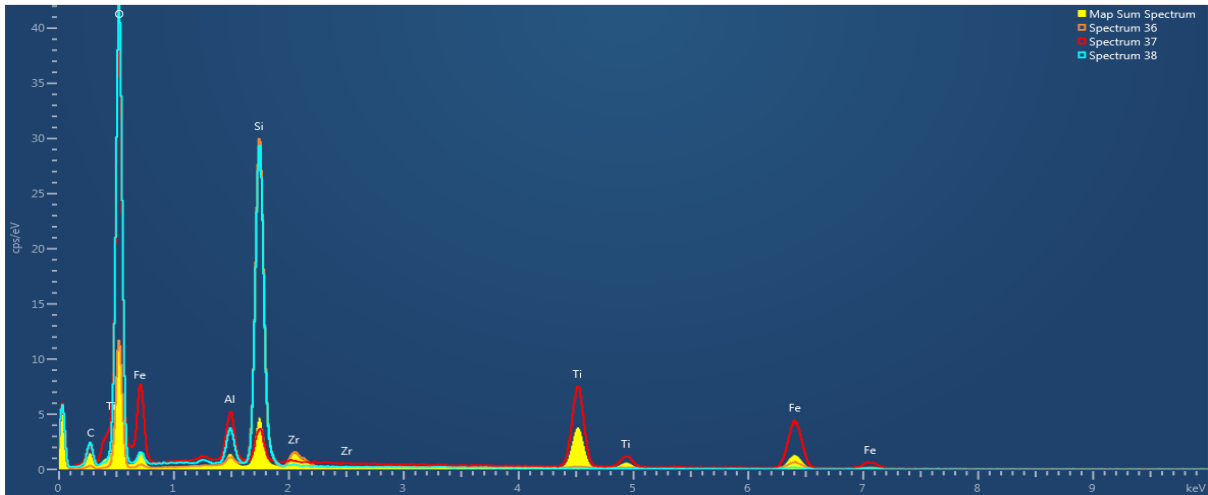


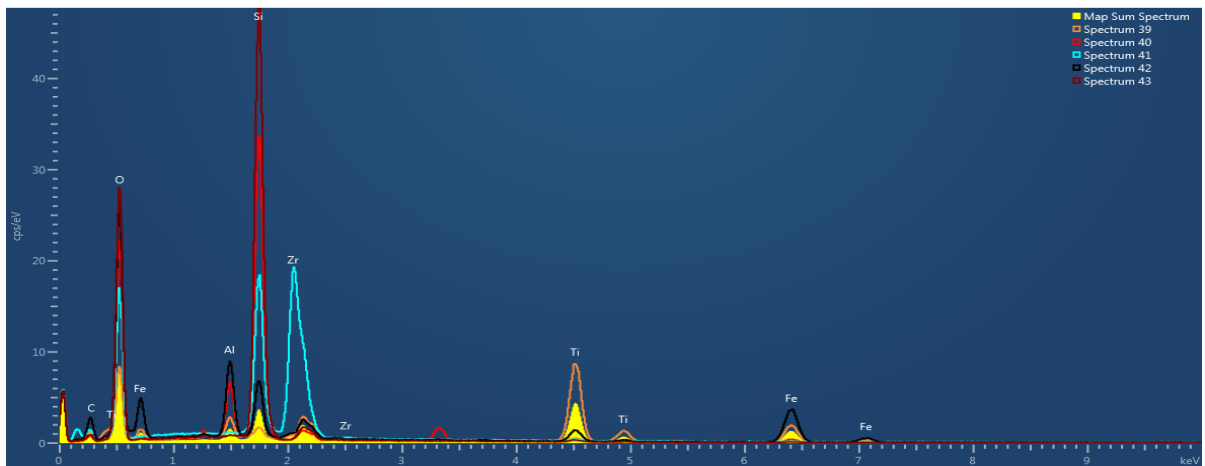
Figure 5: Image du MEB-EDX a) échantillon brut b) échantillon métallisé

La **figure 5** montre la forme, la taille et la dispersion des particules de l'échantillon. Les particules ne présentent pas de formes géométriques bien définies donc elles sont dites xénomorphes.





**Figure 6: Spectres du MEB-EDX de l'échantillon brut**



**Figure 7: Spectres du MEB-EDX de l'échantillon métallisé**

Les **figures 6** et **7** représentent respectivement la superposition des spectres pointés et un spectre global de l'échantillon brut et métallisé.

Ces deux figures révèlent la présence d'oxygène, de carbone, de titane, de silicium, de fer, d'aluminium et de zirconium. Par conséquent, la superposition des spectres montre que ces éléments varient d'un point à un autre.

**Tableau 3: Pourcentage (%) des éléments pour chaque spectre échantillon brut**

Les éléments	C	O	Al	Si	Ti	Fe	Zr
Spectre global	20,00	64,00	1,00	3,60	6,20	4,20	0,80
Spectre 36	10,42	59,64	0,59	25,79	0,17	2,06	1,35
Spectre 37	10,16	74,66	1,96	1,22	5,44	6,56	0,00
Spectre 38	19,09	68,59	1,21	10,83	0,04	0,24	0,00
Eléments et composés correspondants	C	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Ti	Fe	Zr

**Tableau 4: Pourcentage (%) des éléments pour chaque spectre échantillon métallisé**

Les éléments	C	O	Al	Si	Ti	Fe	Zr
Spectre global	20,00	60,20	1,50	3,50	8,90	5,30	0,60
Spectre 39	13,66	62,02	2,29	1,04	14,52	6,48	0,00
Spectre 40	12,32	63,44	3,52	19,44	0,43	0,85	0,00
Spectre 41	19,12	64,27	0,11	8,04	0,17	0,13	8,16
Spectre 42	23,61	59,78	4,74	3,39	1,20	7,29	0,00
Spectre 43	12,19	65,84	0,00	21,65	0,20	0,12	0,00
Eléments ou Composés correspondants	C	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Ti	Fe	Zr

De plus, les deux *tableaux 3* et *4* représentent l'abondance de chaque élément dans les différents spectres.

Les dimensions analysées sont majoritairement composés d'oxygène, de silicium et d'aluminium provenant ainsi de la silice et de l'alumine. Il existe des éléments à l'état traces dont leurs concentrations sont inférieures à 0,1% comme le titane (spectre 38) et le zirconium (spectre 37, 38, 39, 40, 42 et 43). Ils représentent à eux environ 0,6% de la composition de la croûte terrestre <sup>[19]</sup>. En termes de comparaison, les éléments majeurs, à l'instar du fer, du silicium, de l'aluminium interviennent environ 94,4% dans la composition de la croûte terrestre. Ce qui n'est pas le cas pour l'aluminium (spectre 43). Les éléments chimiques les plus abondants sont aussi ceux qui forment le plus de minéraux différents.

D'une manière générale, la présence des éléments à l'état de traces résultent des processus naturels, de la composition chimique initiale provient en grande partie de l'altération des minéraux. D'autre part, les apports peuvent être anthropiques <sup>[19, 20]</sup>.

En outre, les mesures du MEB-EDX faites par métallisation ne change pas la composition chimique.

Il est intéressant de remarquer que seul le carbone ne pourra pas se former avec les autres éléments parce qu'il peut être parmi la classe des éléments natifs ou des carbonates.

En résumé la zone présente des difficultés pour l'exploitation du gisement alors que l'analyse du MEB-EDX nous a permis d'identifier les différents éléments chimiques constitutifs de notre échantillon avec des distributions très variées suivant les spectres. Les principaux éléments identifiés sont : l'oxygène, le carbone, le titane, le fer, le silicium et le zirconium. La présence de ce dernier explique l'intérêt croissant porté par le gouvernement sénégalais sur ce gisement.

### III- Diffraction des rayons X (DRX)

Le diffractogramme de l'échantillon obtenu à partir de WinPLOTR est représenté sur la *figure 8*.

Le dépouillement du diagramme montre que les pics caractérisant les minéraux présents apparaissent au même endroit. C'est ainsi qu'on a pu identifier le zircon, le quartz, le rutile, la pyrophyllite et l'hématite.

Les trois angles de diffractions les plus intenses de chaque minéral sont donnés ci-dessous :

- Zircon : formule chimique  $ZrSiO_4$ , se trouve parmi la classe des silicates, il est déterminé par les angles  $26,918^\circ$  ;  $38,614^\circ$  et  $55,599^\circ$  [21].
- Quartz : silicates de formule chimique  $SiO_2$ , il est identifié par les angles  $26,918^\circ$  ;  $50,189^\circ$  et  $55,599^\circ$  [22, 23]
- Rutile : faisant partie des oxydes, de formule chimique  $TiO_2$ , il est défini par les angles  $43,793^\circ$  ;  $54,230^\circ$  ;  $62,912^\circ$  [24, 25].
- Pyrophyllite : formule chimique  $Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$ , groupe des silicates, elle est caractérisée par les angles  $20,912^\circ$  ;  $38,614^\circ$  et  $55,599^\circ$  [26].
- Hématite : formule chimique  $Fe_2O_3$ , fait partie des oxydes elle se distingue par les angles  $33,320^\circ$  ;  $43,793^\circ$  et  $54,230^\circ$  [22, 27].

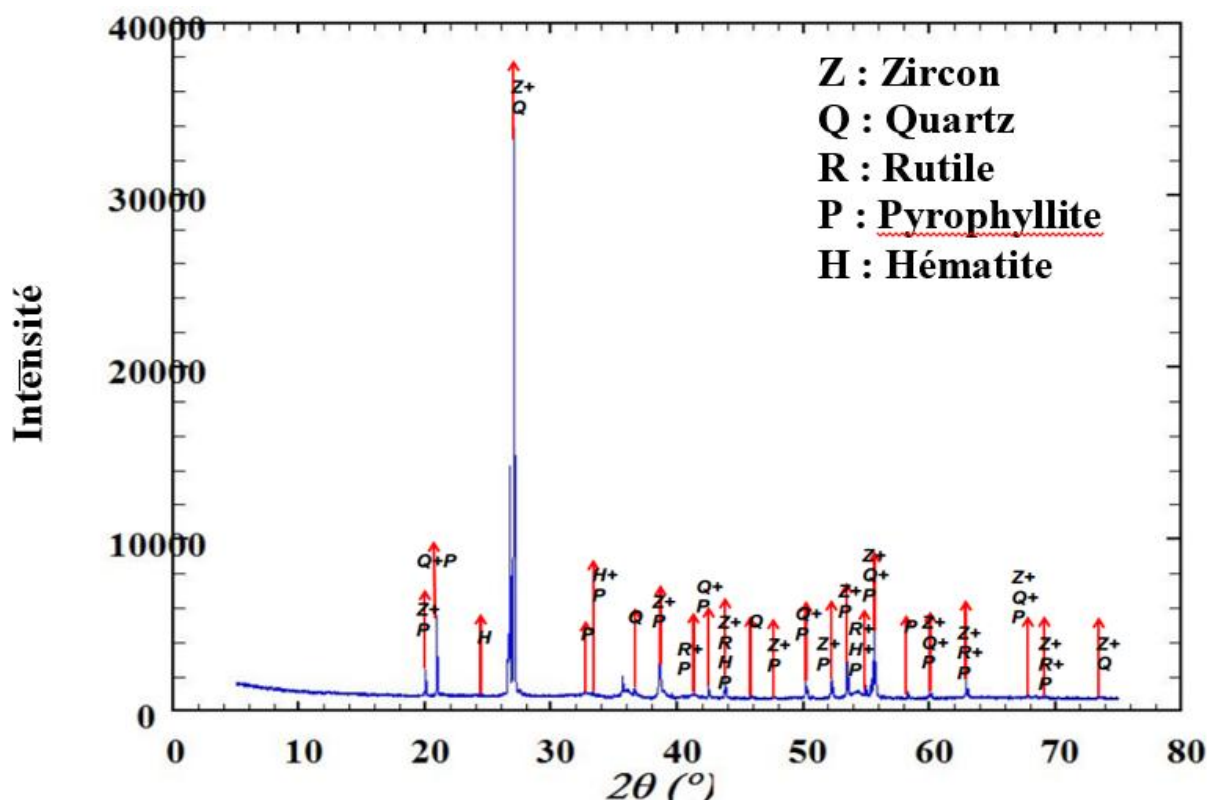


Figure 8: Diffractogramme de l'échantillon

Dans certains cas, les angles sont caractéristiques de plusieurs minéraux (par exemple l'angle 26,918° pour la pyrophyllite et le zircon). Il n'existe pas de raies caractérisant tous les minéraux présents dans l'échantillon. Cependant, des raies représentant un seul minéral existent (comme à 24,013° identifiant l'hématite). Le zircon et le rutile ne sont identifiés que sur des raies avec d'autres minéraux.

Les résultats de la DRX nous ont permis de faire le **tableau 5** en déterminant le pourcentage et l'erreur de chaque minéral selon les relations suivantes :

$$\% \text{ minéral} = (\text{nombre de minéraux} * 100) / \text{nombre total de minéraux}$$

$$\% \text{ erreur d'un minéral} = (\% \text{ minéral} * \text{erreur}) / \text{nombre de minéraux}$$

**Tableau 5: Pourcentage des minéraux sur l'échantillon analysé**

Minéraux	Formule chimique	Nombre de minéraux	Erreur
Zircon	ZrSiO <sub>4</sub>	52	0,24
Quartz	SiO <sub>2</sub>	37	0,038
Rutile	TiO <sub>2</sub>	28	0,004
Hématite	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	16	0,011
Pyrophyllite	Al <sub>2</sub> Si <sub>4</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>2</sub>	18	0,004

En effet nous avons pu identifier le zircon avec 34,44 % (± 0,2 %), le quartz 24,50 % (± 0,03 %), le rutile 18,54 %, la pyrophyllite 11,92 % et l'hématite 10,60 % (± 0,01 %) de l'échantillon analysé.

En somme les minéraux sont sous forme d'oxydes comme le rutile, l'hématite et de silicates comme le zircon, le quartz, la pyrophyllite. Les éléments chimiques simples (le carbone) ne diffractent pas.

# **CONCLUSION ET PERSPECTIVES**

## *CONCLUSION*

Ce travail est basé sur la détermination de la composition chimique des éléments et la caractérisation des minéraux d'un échantillon de sol prélevé dans le gisement de Niafrang en vue de disposer de données fiables nécessaires pour la recherche de projets d'exploitations industrielles des minéraux.

L'exploitation des résultats obtenus par l'utilisation concurrente des techniques expérimentales (MEB-EDX et DRX) a montré que l'échantillon présente plusieurs éléments chimiques tels que l'Oxygène, le carbone, le Silicium, l'Aluminium, le Titane, le Zirconium et le Fer.

Sur le plan minéralogique, les minéraux trouvés sont le zircon, le quartz, le rutile, la pyrophyllite et l'hématite avec leurs angles de diffractions.

Les travaux ultérieurs permettront de faire des analyses plus poussées en utilisant d'autres techniques analytiques (la spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif et l'analyse thermique) qui pourront corroborer nos résultats préliminaires.

En fin nous envisagerons l'étude des domaines d'applications (céramiques, pigment...) possibles des minéraux trouvés dans ce gisement de Niafrang malgré les difficultés d'exploitation.

## ***REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES***

- [1] **Rautureau M., Caillère S., Hénin S.**, Les argiles. Paris, 2004, 97 p.
- [2] **FRAGES F.**, A la découverte des minéraux et des pierres précieuses. Paris : Dunod, 2013. 37p. ISBN 978-2-10-057992-1.
- [3] **Direction marketing-APIX s.a.** Fiche d'opportunités des mines au Sénégal, Potentiel minier au Sénégal, 2013. 83p.
- [4] **Hermans K.**, Roche et minéraux, parité de livre « Le monde minéral », éd. Nathan Paris. 1997.
- [5] **KLINGSHIN M.**, Minéralogie, les minéraux. Fribourg, Musée d'histoire naturelle de Fribourg, 2011, 54p, 026/305.89.00.
- [6] **MASSET J.**, Cour de Géologie : la minéralogie, Lycée Forestier de Mesnières, Version 2012-2013.
- [7] **LOUIS J.**, Résumé du stage de Géologie, de Boulouris (var) par Jean Roqueirol de Camina, la rando pugétoise. Mai (2006). 46p.
- [8] **GHOUNAMI F.**, Généralité de science des matériaux de construction. Chapitre 1. Propriétés générales des M.D.C (matériaux de construction), Tlemcen (2008). 56p.
- [9] **HOUTI F. B.**, les minéraux et les roches, les principaux minéraux constitutifs de l'écorce terrestre 78p.
- [10] **DEFERNE J.**, La classification des minéraux ; Genève ; Muséum, 2014. 78p.
- [11] **Dr CHABOU M., C.** Université Ferhart Abbas, Sétif Département des sciences de la terres, les minéraux, Classification des minéraux 49p, consulté le 18/11/2016.
- [12] [http://www.cmeba.univ-rennes1.fr/Principe\\_MEB.html](http://www.cmeba.univ-rennes1.fr/Principe_MEB.html), consulté le 14/12/2016.
- [13] **EBERHART J. P.**, Analyse structurale et chimique des matériaux, Dunod, Paris 1997.
- [14] **GUINEBRETIERE, R.** Diffraction des rayons X sur échantillon poly-cristallins. Lavoisier Paris 2002.
- [15] <http://www-crismat.ensicaen.fr/spip.php?article154&lang=fr>, consulté le 22/12/2016.
- [16] <http://deuns.chez.com/sciences/drx/drx2.html>, consulté le 06/01/2017.
- [17] **DESCROIX L., MARUT J., 2015.** L'exploitation des sables métallifères du littoral Casamançais (Sénégal) : projet à risques. Regards géopolitiques. Vol. 1. N°3, p. 11-17. [https://www.cms.fss.ulaval.ca/recherche/upload/hei/fichiers/cqeg\\_regards\\_geopolitiques\\_vol1no3hiver2015](https://www.cms.fss.ulaval.ca/recherche/upload/hei/fichiers/cqeg_regards_geopolitiques_vol1no3hiver2015).

[18] [http://www.microeconomix.fr/sites/.../20150226\\_microeconomix\\_etude\\_mine\\_senegal](http://www.microeconomix.fr/sites/.../20150226_microeconomix_etude_mine_senegal).

Consulté le 25/03/2017.

[19] **DERE C.**, Mobilité et redistribution à long terme des éléments traces métalliques exogène dans les sols. Thèse de Doctorat : Science de l'environnement. Institut National d'Agronomie Paris-Grignon, 2006, 124p.

[20] **CHARBONNIER E.**, Caractérisation et interprétation des teneurs naturelles en élément traces métalliques et métalloïdes sur le territoire du SAN Ouest Provence. Mémoire de Master : Espace Rural et Environnement. Université de Bourgogne, 2014, 73p.

[21] **AUZENDE A.**, Technique Analytique en science de la terre : Quelques techniques de la minéralogie (en ligne) <http://step.ipgp.fr/image/d/df/auzende-DRX.MEB.pdf> consulté le 27/02/2017.

[22] **CAILLERE S., HENI S., RAUTUREAU M.**, Minéralogie des argiles : Classification et nomenclature. 2<sup>ème</sup> édition. Paris : Masson, 1982. 189p ISBN 2-225-76560.

[23] **BALDEYROU-BAILLY A.**, Etude expérimentale et modélisation de la stabilité des phyllosilicates. Thèse de Doctorat : Science de la terre et de l'univers. Lieu de soutenance : Université LOUIS Pasteur de Strasbourg, 2003 ; 303p.

[24] **FRAUCENE H.**, Effet de la température (traitement thermique) sur les propriétés optoélectriques et structurales de TiO<sub>2</sub> nanotube. Mémoire de magister : Electronique. Lieu de soutenance : Université Mouloud Mammeride Tizi-ouzou, 106p.

[25] **SIMON P.**, Synthèse de nanoparticules d'oxydes de titane par pyrolyse Laser- Etude des propriétés optiques et de la structure électronique. Thèse de Doctorat : Chimie. Lieu de soutenance : Université de Paris sud XI, 2011, 235p.

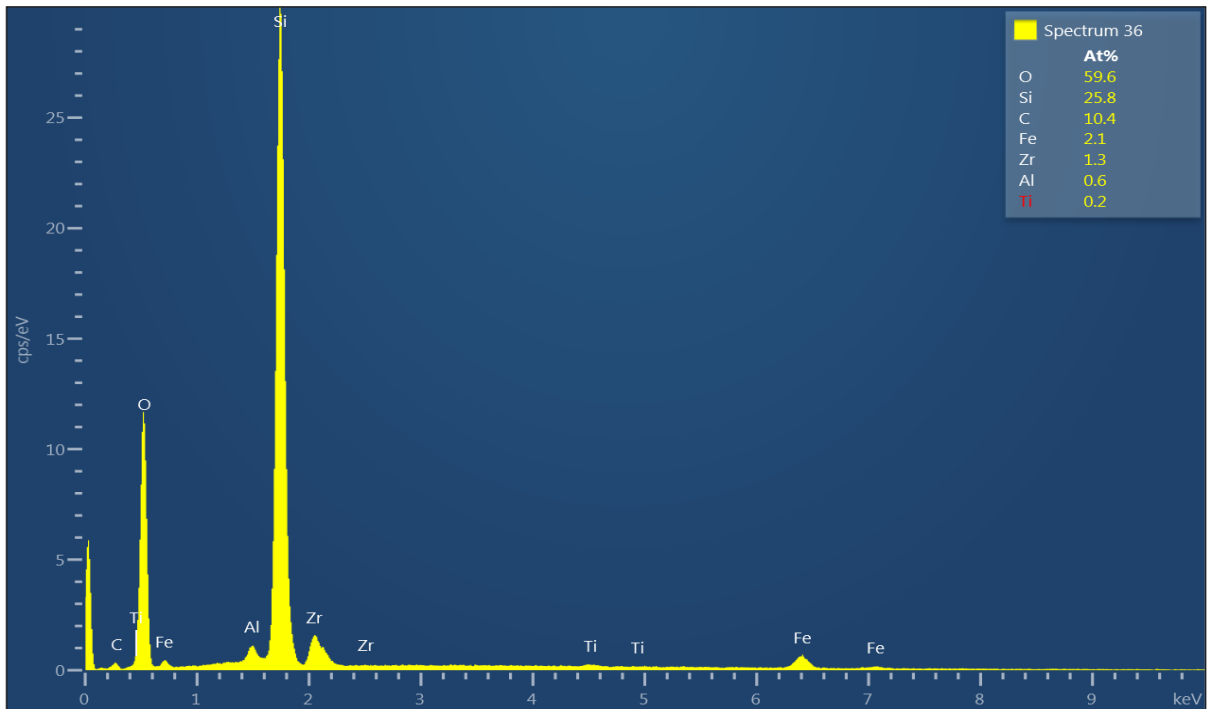
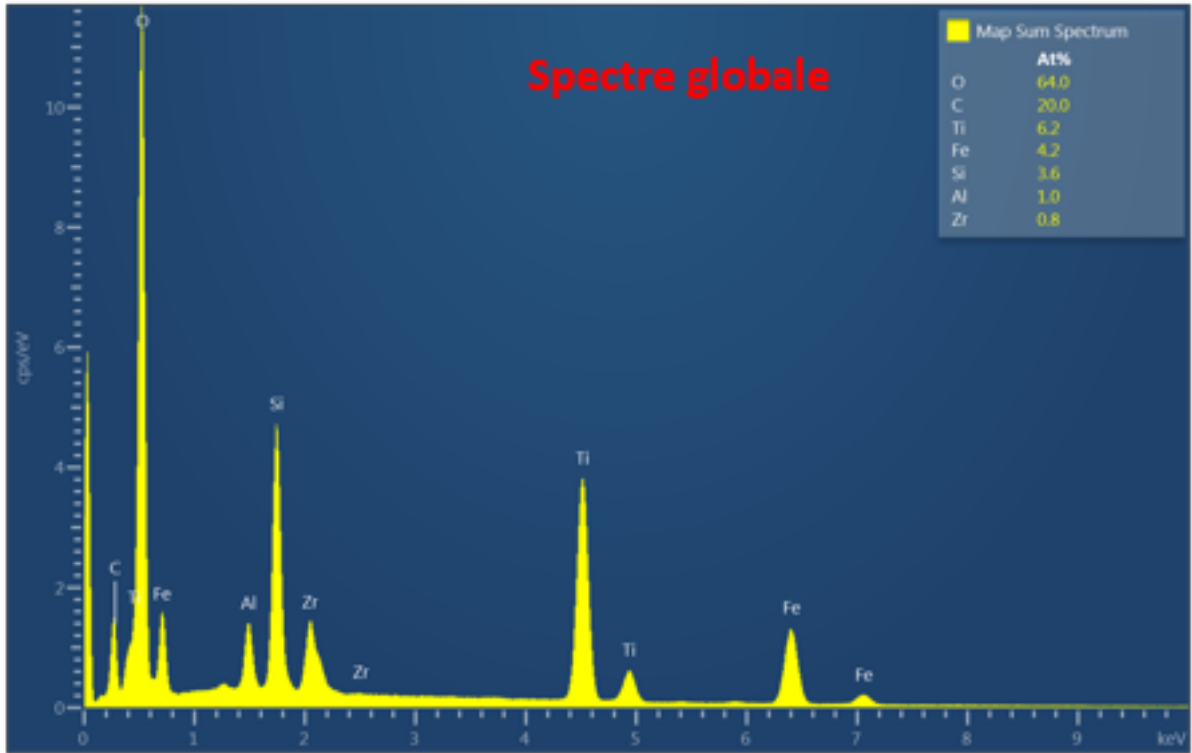
[26] **GHAZALA M. IBN.**, Synthèse des complexes organo et inorgano- pyrophyllite et leur application dans le traitement des eaux chargées en métaux lourds. Thèse de Doctorat : Electrochimie et chimie analytique. Lieu de soutenance : Université Mohammed V-Agdal, 2009, 127p.

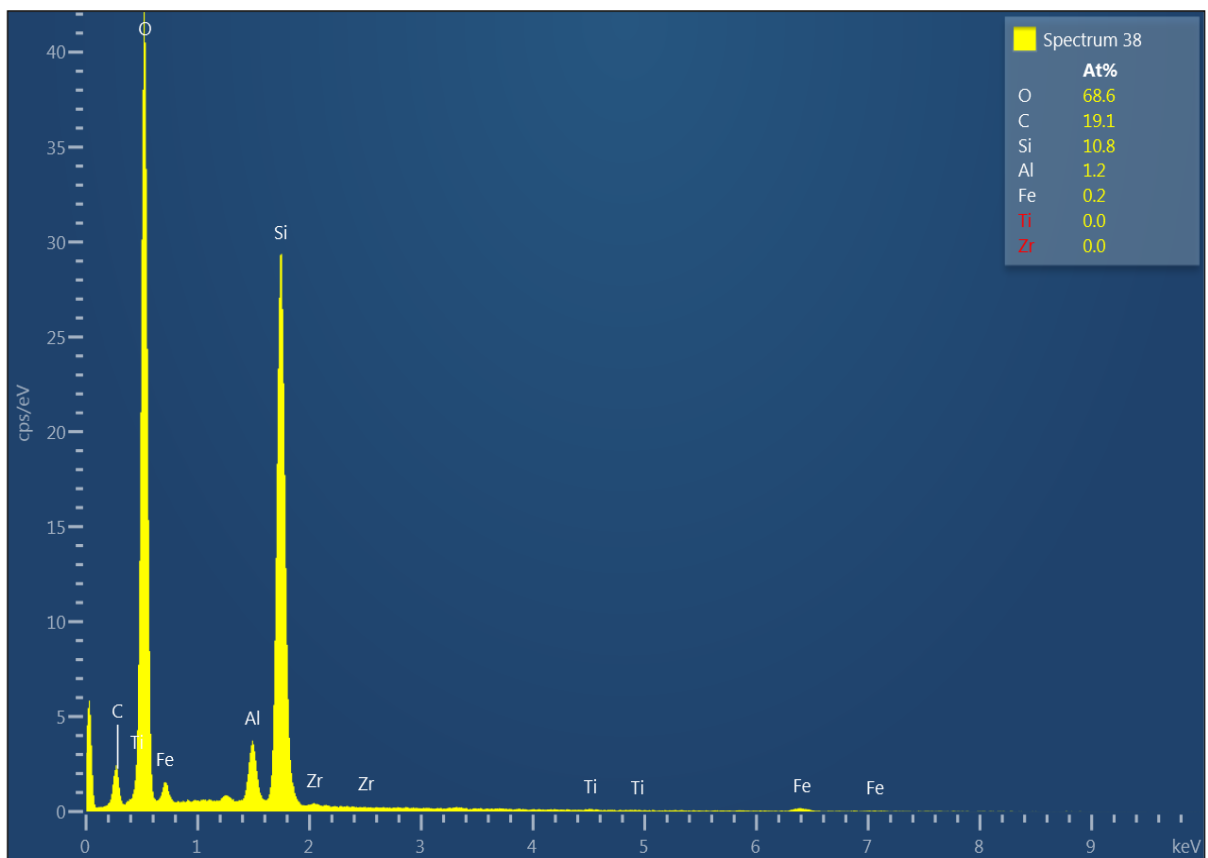
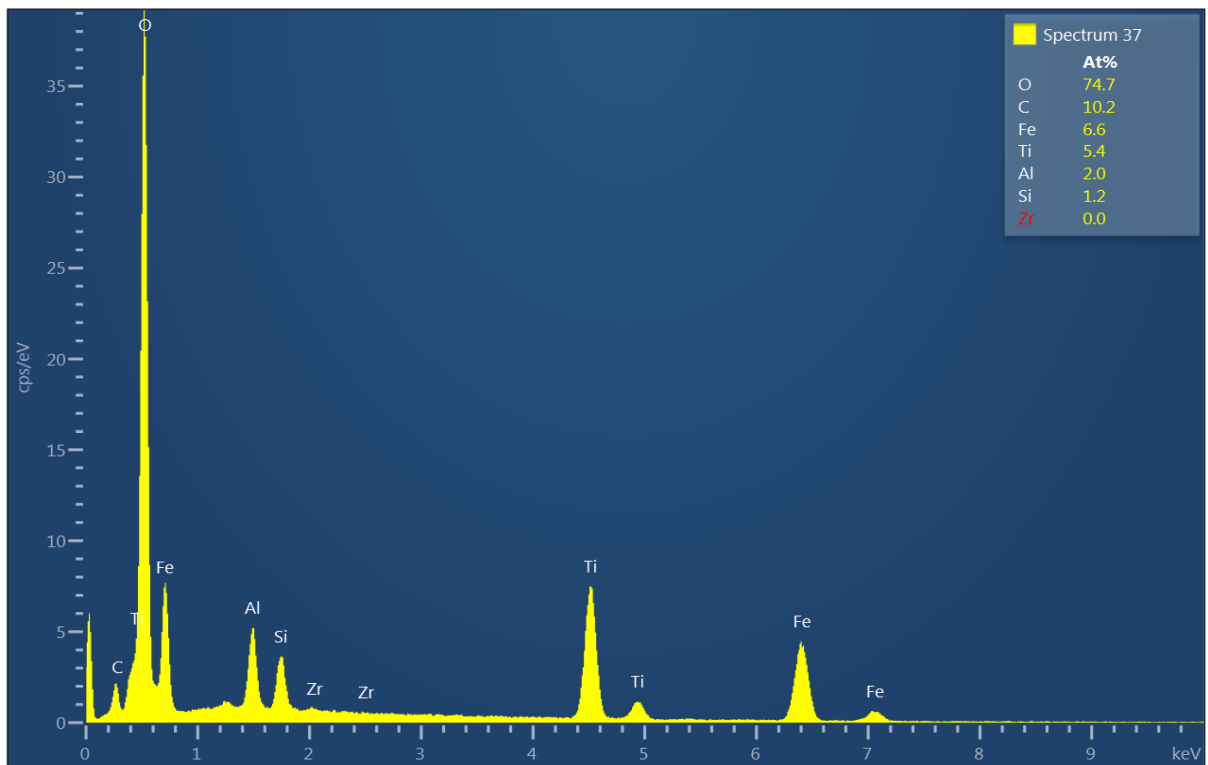
[27] **AYACHI A.**, Synthèse des nanoparticules d'oxydes métalliques pour des applications photo-catalytiques solaires : Cas des nanoparticules d'oxydes de fer alpha, Thèse de Doctorat : Sciences des Matériaux. Lieu de soutenance : Université des Frères Mentouri Constantine, 2015, 118p.



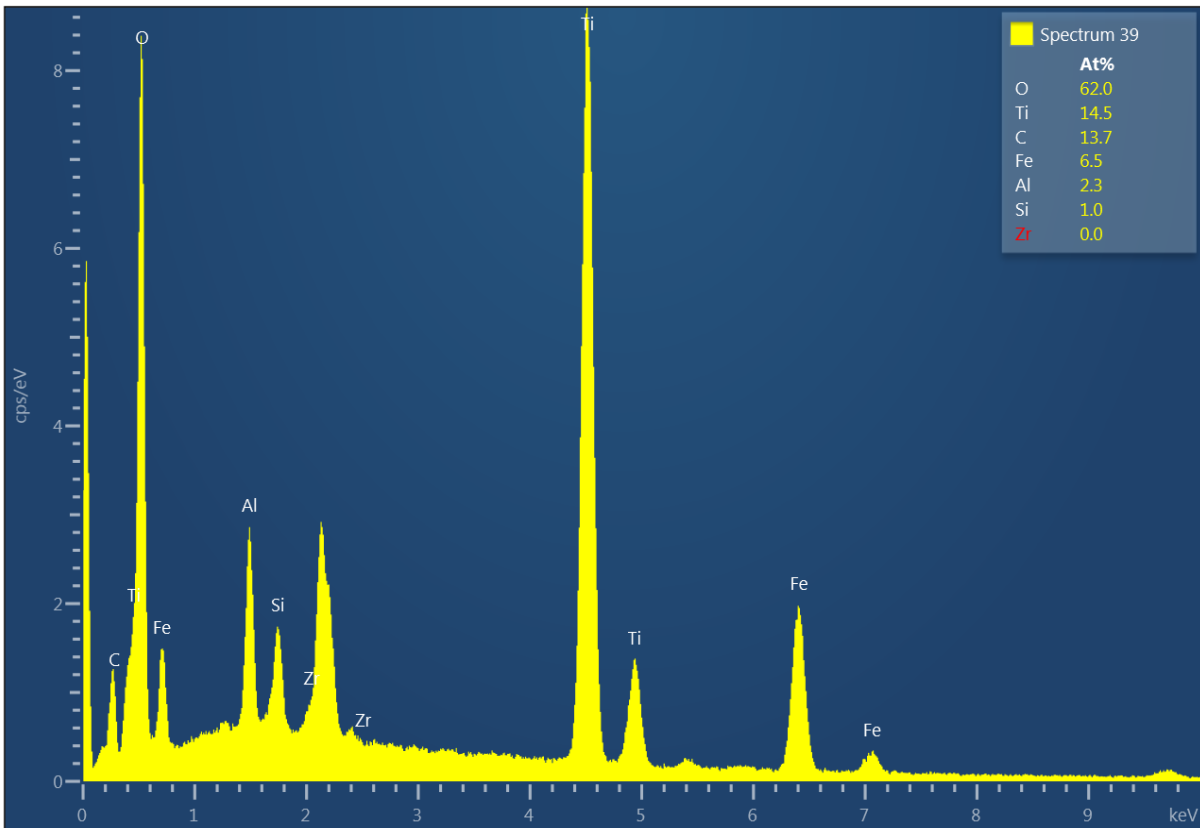
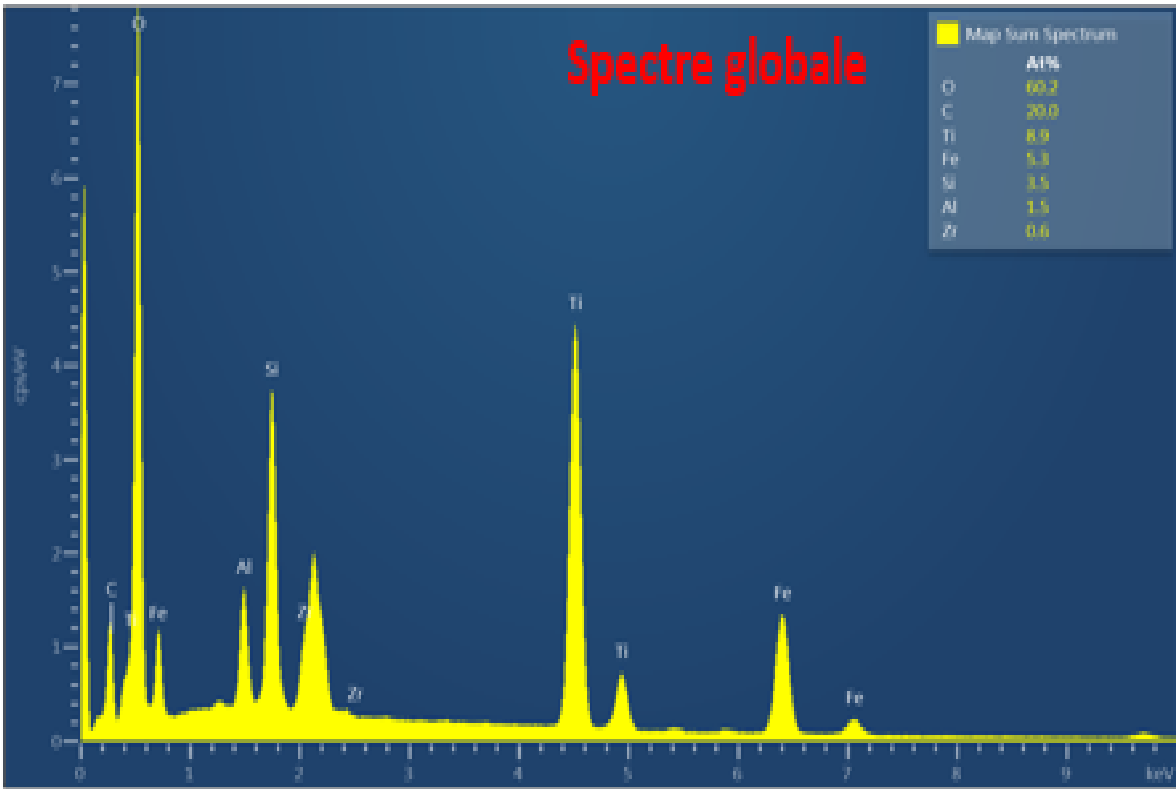
# ANNEXES

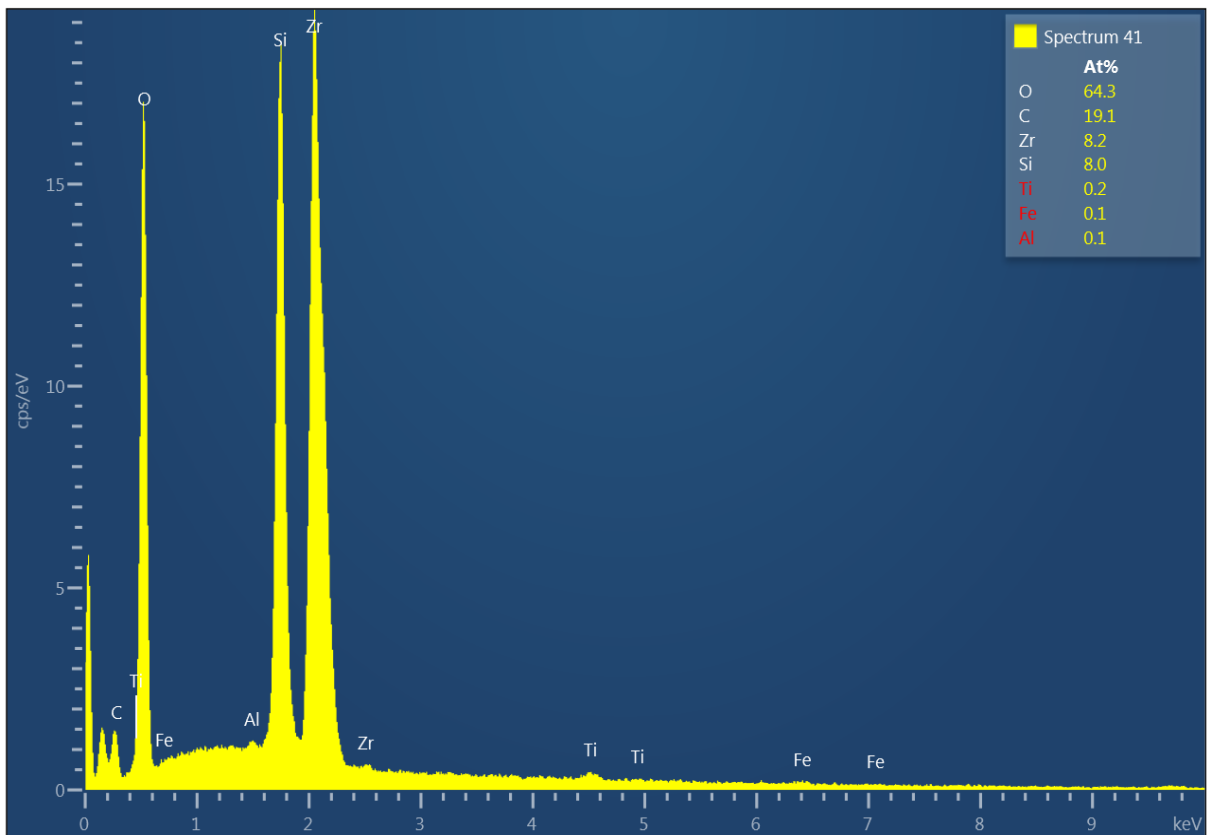
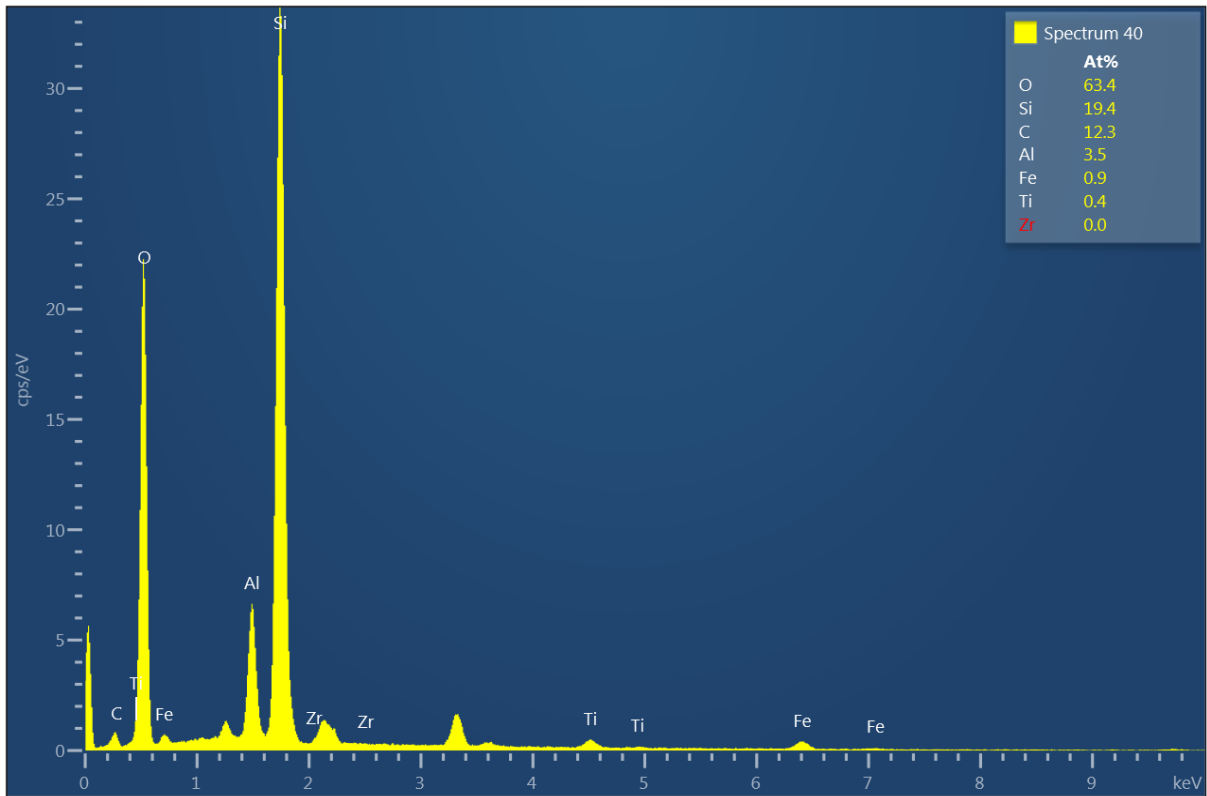
## ANNEXE 1

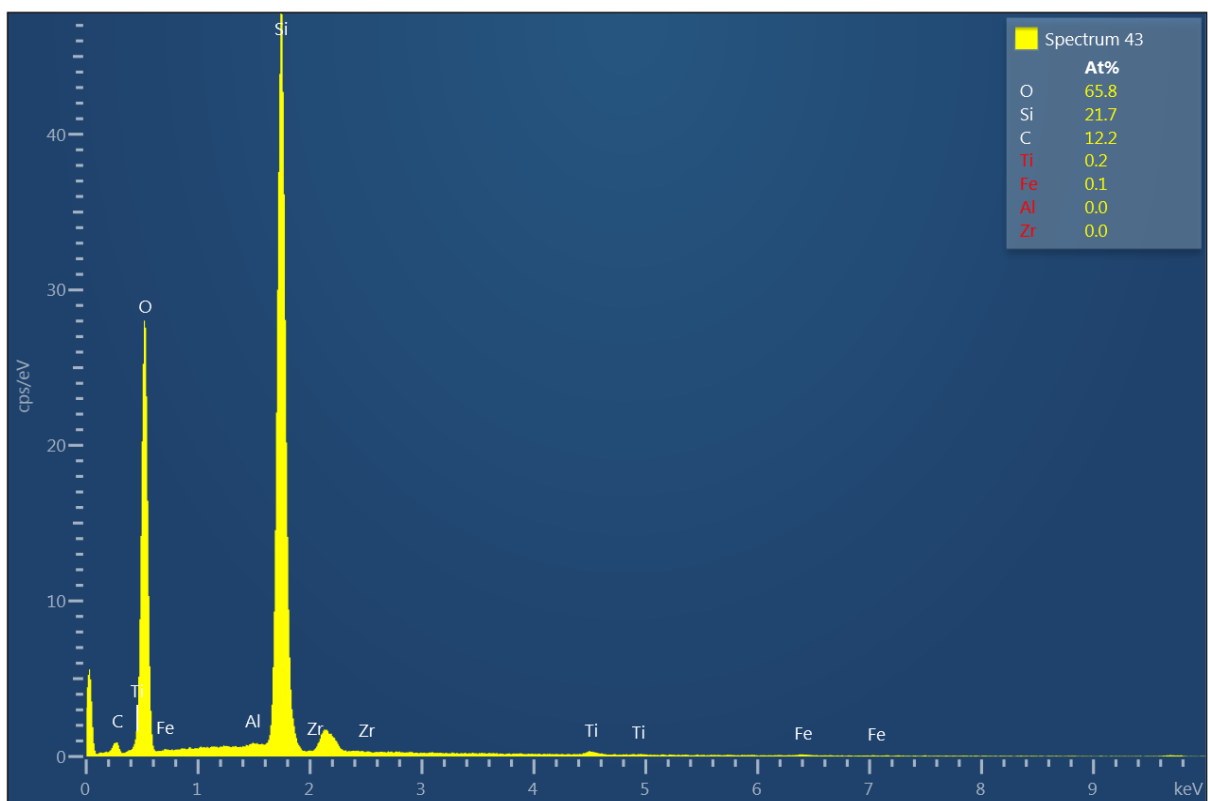
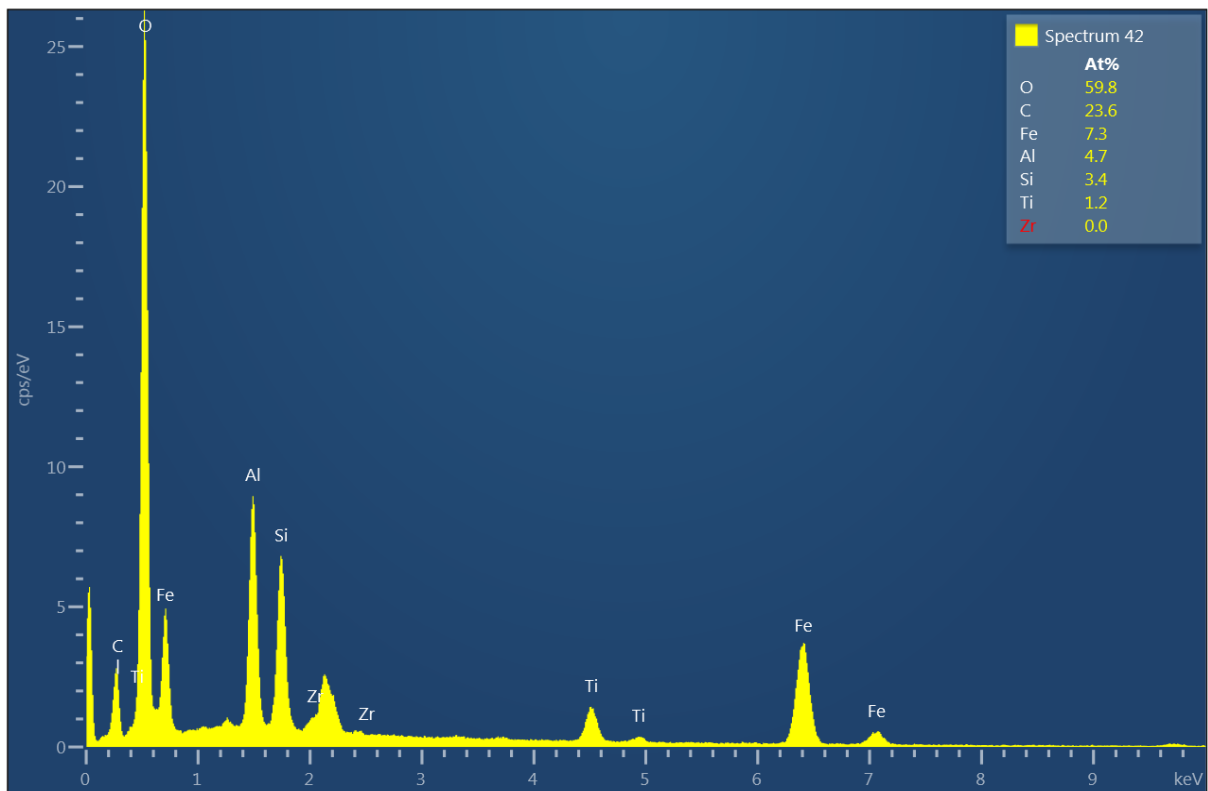




**Figure 9(annexe 1) : Spectres du MEB-EDX de l'échantillon brut**







*Figure 10 (annexe 1) : Spectres du MEB-EDX de l'échantillon métallisé*

*ANNEXE 2*



Diffractomètre des rayons

Tableau 6 (annexe 2)

**Tableau : Angles et distances de la DRX**

Position 2θ en (°)	Distance entre les plans en Å	Minéraux
19,998	4,439	Zircon Pyrophyllite
20,912	4,245	Quartz Pyrophyllite
24,267	3,706	Hématite
26,918	3,312	Zircon Quartz
32,689	2,739	Pyrophyllite
33,320	2,689	Hématite Pyrophyllite
36,703	2,448	Quartz
38,614	2,332	Zircon Pyrophyllite
41,267	2,187	Rutile Pyrophyllite
42,496	2,127	Quartz Pyrophyllite
43,793	2,067	Zircon Rutile Hématite Pyrophyllite
45,889	1,977	Quartz
47,608	1,910	Zircon Pyrophyllite
50,188	1,818	Quartz Pyrophyllite
52,245	1,751	Zircon Pyrophyllite
53,475	1,713	Zircon Pyrophyllite
54,230	1,691	Rutile Hématite Pyrophyllite
55,699	1,653	Zircon Quartz Pyrophyllite
58,304	1,582	Pyrophyllite
60,029	1,541	Zircon Quartz Pyrophyllite
62,912	1,477	Zircon Rutile Pyrophyllite
67,778	1,383	Zircon Quartz Pyrophyllite
68,964	1,361	Zircon Rutile Pyrophyllite
73, 320	1,290	Zircon Quartz

## Résumé

Ce mémoire est basé sur l'étude de la composition chimique et la caractérisation minéralogique d'un échantillon de sol prélevé dans le gisement du village de Niafrang. Il a permis d'établir une relation qualitativement et quantitativement entre les éléments chimiques et les minéraux caractérisés, afin de disposer de données nécessaires au démarrage de projets d'exploitations industrielles des minéraux.

Les analyses élémentaires du MEB-EDX sur la composition chimique ont révélé que l'échantillon est un mélange hétérogène composé essentiellement d'oxygène, de carbone, de silicium, de Fer, d'aluminium, de zirconium et de titane.

De plus les résultats de caractérisation en DRX traduisent l'existence de phases minéralogiques d'oxydes et de silicates avec les minéraux suivants: le zircon avec 34,44 % ( $\pm 0,16\%$ ), le quartz 24,50% ( $\pm 0,03\%$ ), le rutile 18,54 %, la pyrophyllite 11,92 % et l'hématite 10,60 % ( $\pm 0,01\%$ ).

En fin nous avons montrés que la composition chimique des éléments est en parfaite accord avec la caractérisation minéralogique.

**Mots clés :** minéraux, composition chimique, caractérisation, MEB-EDX, DRX.