

# *Extraction Du Lithium A Partir De La Lépidolite Du Gisement De Tsitondroina (Haute Matsiatra, District D'Ikalamavony, Madagascar) : Caractérisation Géochimique Et Optimisation Du Procédé De Digestion Sulfurique*

Heritiana RATSIMISATA<sup>11</sup>, RAKOTOSON Tolontsoa.<sup>1,2</sup>, TOVONIRINA Mamiharizo. Jackie.<sup>13</sup>, Rondro Nirina RAVAOARINORO<sup>1,4</sup>, RAHARIMALALA Laurence<sup>1,5</sup>

Ecole Doctorale Ingénierie et Géosciences, Université Antananarivo



**Résumé:** Cette étude porte sur l'extraction du lithium à partir du lépidolite provenant du gisement de Tsitondroina, situé dans la région de Haute Matsiatra, district d'Ikalamavony (Madagascar). L'objectif principal est de caractériser la composition géochimique du minerai et d'optimiser les paramètres opératoires du procédé de digestion sulfurique afin d'améliorer le rendement d'extraction du lithium. La caractérisation chimique réalisée par fluorescence X (XRF) montre que le minerai est principalement constitué de SiO<sub>2</sub> (49,0–53,0 %), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (21,0–24,1 %) et K<sub>2</sub>O (10,0–10,8 %), tandis que la teneur en Li<sub>2</sub>O varie entre 4,8 % et 5,3 %. Les résultats indiquent également la présence de fluor avec des teneurs comprises entre 4,5 % et 5,1 %, caractéristique de la structure du lépidolite. L'étude de l'effet de la calcination révèle une augmentation de la perte de masse du minerai de 5 % à 300 °C jusqu'à environ 22 % à 900 °C, traduisant une activation thermique importante. Les essais de digestion sulfurique montrent que le rendement d'extraction du lithium atteint environ 27 % à 300 °C pendant 2 heures pour le minerai calciné, contre 25 % pour le minerai non calciné. Ces résultats confirment l'importance de la calcination et de l'optimisation des paramètres thermiques dans l'amélioration de l'efficacité du procédé d'extraction du lithium.

**Mots clés :** Lithium ; Lépidolite ; Digestion sulfurique ; Calcination ; Tsitondroina.

**Abstract:** This study focuses on the extraction of lithium from lepidolite originating from the Tsitondroina deposit, located in the Haute Matsiatra region, Ikalamavony district (Madagascar). The main objective is to characterize the geochemical composition of the ore and to optimize the operating parameters of the sulfuric acid digestion process in order to improve the lithium extraction yield. Chemical characterization carried out by X-ray fluorescence (XRF) shows that the ore is mainly composed of SiO<sub>2</sub> (49.0–53.0%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (21.0–24.1%), and K<sub>2</sub>O (10.0–10.8%), while the Li<sub>2</sub>O content ranges between 4.8% and 5.3%. The results also indicate the presence of fluorine with concentrations ranging from 4.5% to 5.1%, which is characteristic of the lepidolite structure. The study of the effect of calcination reveals an increase in the mass loss of the ore from 5% at 300 °C to approximately 22% at 900 °C, indicating significant thermal activation. Sulfuric acid digestion tests show that the lithium extraction yield reaches about 27% at 300 °C for 2 hours for the calcined ore, compared with 25% for the non-calcined ore. These results confirm the importance of calcination and the optimization of thermal parameters in improving the efficiency of the lithium extraction process.

**Keywords:** Lithium; Lepidolite; Sulfuric acid digestion; Calcination; Tsitondroina.

## 1. INTRODUCTION

Le lithium est aujourd'hui considéré comme l'un des métaux stratégiques les plus importants en raison de son rôle essentiel dans les technologies énergétiques modernes, notamment dans la fabrication des batteries lithium-ion utilisées dans les véhicules électriques, les appareils électroniques portables et les systèmes de stockage d'énergie renouvelable [1]. La demande mondiale en lithium a fortement augmenté au cours des dernières décennies en raison de la transition énergétique et du développement des technologies de stockage de l'énergie, ce qui a conduit à un intérêt croissant pour l'exploration et l'exploitation de nouvelles ressources de lithium [2]. Les principales sources de lithium proviennent soit des saumures continentales, soit des minerais lithinifères tels que le spodumène, la pétalite et le lépidolite [3]. Parmi ces minéraux, le lépidolite constitue une source importante de lithium dans les pegmatites granitiques et présente également des concentrations notables de potassium, d'aluminium et de fluor dans sa structure cristalline [4]. La valorisation de ce minerai repose généralement sur des procédés hydrométallurgiques, notamment la digestion acide ou alcaline, qui permettent de convertir le lithium présent dans la structure minérale en composés solubles pouvant être récupérés sous forme de carbonate ou d'hydroxyde de lithium [5]. La méthode de digestion à l'acide sulfurique est l'une des techniques les plus utilisées pour l'extraction du lithium à partir du lépidolite. Ce procédé repose sur la réaction du minerai broyé avec l'acide sulfurique à température élevée, permettant la formation de sulfates solubles de lithium, de potassium et d'aluminium [6]. Toutefois, l'efficacité de cette méthode dépend fortement de plusieurs paramètres opératoires tels que la granulométrie du minerai, la température de calcination, la température de digestion et le temps de réaction. Madagascar possède un potentiel géologique important en ressources minérales associées aux pegmatites granitiques, qui peuvent contenir des minéraux porteurs de lithium. Dans ce contexte, le gisement de Tsitondroina, situé dans la région de Haute Matsiatra, district d'Ikalavony (Madagascar), présente un intérêt particulier pour l'étude et la valorisation du lépidolite comme source potentielle de lithium. La caractérisation géochimique de ce minerai constitue une étape essentielle pour comprendre sa composition et évaluer son potentiel d'exploitation. Ainsi, l'objectif de ce travail est de caractériser la composition chimique du lépidolite provenant de ce gisement par analyse par fluorescence X (XRF) et d'étudier l'influence de la calcination ainsi que des paramètres de digestion sulfurique sur le rendement d'extraction du lithium. Cette étude vise également à identifier les conditions opératoires les plus favorables pour améliorer l'efficacité du procédé d'extraction du lithium à partir du lépidolite du gisement étudié.

## 2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

Les échantillons de lépidolite utilisés dans cette étude ont été collectés à Tsitondroina, situé dans la région de Haute Matsiatra, district d'Ikalavony (Madagascar). Le prélèvement a été effectué sur affleurements pegmatitiques selon un maillage de terrain afin d'assurer la représentativité géologique du minerai étudié. Après la collecte, les échantillons ont été soumis à une opération de quartage répétée jusqu'à l'obtention d'un échantillon secondaire représentatif d'environ 10 kg. Une fraction de quelques grammes a ensuite été prélevée pour les analyses de caractérisation chimique et pour la réalisation des essais d'extraction. Le traitement préliminaire du minerai a consisté en un concassage suivi d'un broyage mécanique jusqu'à l'obtention d'une granulométrie d'environ 80  $\mu\text{m}$ . Une partie des échantillons a été utilisée à l'état brut tandis qu'une autre partie a été soumise à une calcination dans un four électrique à différentes températures pouvant atteindre 900 °C afin d'évaluer l'effet de l'activation thermique sur la structure du minerai et sur le rendement d'extraction du lithium. La composition chimique des échantillons a été déterminée par fluorescence X, technique largement utilisée pour la caractérisation géochimique des minerais. Cette analyse a permis de déterminer les teneurs en oxydes majeurs tels que  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  et  $\text{Li}_2\text{O}$ , ainsi que certains éléments mineurs associés à la structure du lépidolite. Le traitement et l'analyse des données expérimentales ont été réalisés à l'aide du langage de programmation Python, qui constitue un outil largement utilisé pour le calcul scientifique et la modélisation numérique [8]. La manipulation et le traitement des données ont été effectués à l'aide de la bibliothèque NumPy, reconnue pour ses capacités de calcul matriciel et de traitement numérique efficace [9], ainsi que de la bibliothèque pandas, utilisée pour la structuration et l'analyse de données tabulaires dans les applications scientifiques [10]. La représentation graphique des résultats expérimentaux et la visualisation des relations entre les variables étudiées ont été réalisées à l'aide de la bibliothèque Matplotlib, qui constitue un environnement standard pour la visualisation scientifique en Python [11]. L'étape de modélisation statistique a été effectuée à l'aide de la bibliothèque scikit-learn, notamment par l'utilisation d'un pipeline combinant la standardisation des variables (StandardScaler), la génération de termes polynomiaux (PolynomialFeatures) et l'application d'une régression pénalisée de type

Ridge (RidgeCV) pour l'ajustement du modèle prédictif [12]. Par ailleurs, certaines opérations géométriques nécessaires à la définition du domaine expérimental et à l'analyse de l'enveloppe convexe des données ont été réalisées à l'aide des modules ConvexHull et QhullError de la bibliothèque SciPy, qui fournit un ensemble d'algorithmes fondamentaux pour le calcul scientifique et l'analyse numérique [13]. La visualisation tridimensionnelle des surfaces de réponse a également été réalisée à l'aide du module mpl\_toolkits.mplot3d afin d'illustrer l'influence combinée de la température et du temps de digestion sur le rendement d'extraction du lithium. L'ensemble de ces outils numériques a permis d'analyser les résultats expérimentaux, de modéliser les effets des paramètres opératoires et d'identifier les conditions optimales favorisant l'extraction du lithium à partir du lépidolite du gisement étudié.

### 3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

#### 3.1 Analyse chimique par fluorescence X (XRF) des échantillons de lépidolite en vue de l'extraction du lithium

Afin de caractériser la composition chimique des minerais étudiés et d'évaluer leur potentiel pour l'extraction du lithium, une analyse par fluorescence X (XRF) a été réalisée sur quatre échantillons représentatifs de lépidolite provenant du gisement de Tsitondroina, dans la région de Haute Matsiatra à Madagascar. Cette analyse permet de déterminer les teneurs en principaux oxydes constituant la roche et d'identifier les éléments susceptibles d'influencer le procédé d'extraction du lithium. Les résultats obtenus apportent des informations essentielles sur la nature minéralogique du minerai et sur la présence d'éléments associés pouvant intervenir dans les réactions chimiques lors du traitement par grillage sulfurique. La figure suivante présente les résultats de l'analyse chimique des échantillons de lépidolite provenant du gisement de Tsitondroina dans le District d'Ikalamavony, obtenus par fluorescence X (XRF). Cette analyse permet de déterminer la composition élémentaire du minerai et d'évaluer la répartition des principaux oxydes présents dans les différents échantillons étudiés.

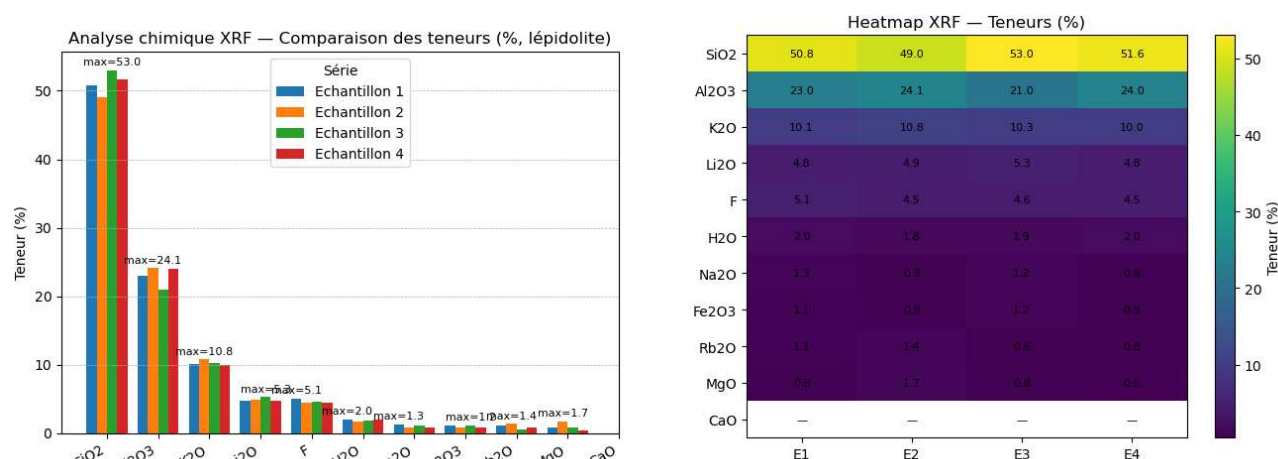


Figure 1: Analyse chimique par fluorescence X (XRF) des échantillons de lépidolite en vue de l'extraction du lithium

#### Interprétation

Les résultats de l'analyse montrent que le dioxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>) constitue l'élément majoritaire dans l'ensemble des échantillons analysés. Les teneurs mesurées varient entre 49,0 % pour l'échantillon E2 et 53,0 % pour l'échantillon E3, tandis que les échantillons E1 et E4 présentent respectivement 50,8 % et 51,6 %. Cette forte proportion de silice est caractéristique des minéraux aluminosilicatés de type mica, confirmant la nature lépidolitique du minerai étudié. La présence importante de SiO<sub>2</sub> indique que la matrice minérale est dominée par une structure silicatée relativement stable qui peut influencer la cinétique de dissolution lors du traitement acide. L'oxyde d'aluminium (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) constitue le deuxième constituant majeur avec des teneurs comprises entre 21,0 % et 24,1 %. La concentration la plus élevée est observée dans l'échantillon E2 avec 24,1 %, suivie de

l'échantillon E4 avec 24,0 %, tandis que les échantillons E1 et E3 présentent respectivement 23,0 % et 21,0 %. Cette présence élevée d'aluminium est typique des micas lithinifères tels que le lépidolite. Toutefois, lors du procédé de lixiviation à l'acide sulfurique, une partie importante de cet aluminium peut être solubilisée sous forme de sulfate d'aluminium, ce qui peut compliquer les étapes de purification et entraîner des pertes potentielles de lithium si l'élimination de l'aluminium n'est pas correctement contrôlée. L'oxyde de potassium ( $K_2O$ ) présente également des teneurs significatives, variant de 10,0 % à 10,8 %. La teneur maximale est observée dans l'échantillon E2 avec 10,8 %, tandis que les échantillons E1, E3 et E4 présentent respectivement 10,1 %, 10,3 % et 10,0 %. La présence de potassium confirme également la structure micacée du minerai, puisque le potassium occupe généralement les positions interfoliaires dans la structure cristalline du lépidolite. Lors du traitement sulfurique, cet élément peut se transformer en sulfate de potassium, comme indiqué dans l'équation réactionnelle théorique du procédé. L'oxyde de lithium ( $Li_2O$ ), qui représente l'élément d'intérêt principal pour cette étude, montre des teneurs comprises entre 4,8 % et 5,3 %. La valeur la plus élevée est observée dans l'échantillon E3 avec 5,3 %, tandis que les échantillons E1 et E4 présentent chacun une teneur de 4,8 % et l'échantillon E2 une teneur légèrement supérieure de 4,9 %. Ces valeurs indiquent que le minerai étudié possède une concentration relativement élevée en lithium comparée à de nombreux gisements de lépidolite exploités industriellement, ce qui confirme le potentiel intéressant du gisement de Tsitondroina pour la production de composés de lithium, notamment le carbonate de lithium. L'analyse révèle également la présence de fluor (F) avec des teneurs comprises entre 4,5 % et 5,1 %. La valeur la plus élevée est observée dans l'échantillon E1 avec 5,1 %, tandis que les autres échantillons présentent des valeurs comprises entre 4,5 % et 4,6 %. Cette présence notable de fluor est caractéristique de la lépidolite, qui est un mica fluoré. Toutefois, le fluor peut influencer les réactions thermiques et chimiques lors du grillage et de la lixiviation, ce qui justifie l'étude complémentaire de l'effet de la défluoration sur l'efficacité de l'extraction du lithium. Les autres oxydes sont présents en proportions relativement faibles. L'eau structurale ( $H_2O$ ) varie entre 1,8 % et 2,0 %, ce qui correspond à la présence de groupes hydroxyles dans la structure cristalline du mica. Les oxydes de sodium ( $Na_2O$ ) présentent des teneurs comprises entre 0,8 % et 1,3 %, tandis que l'oxyde de fer ( $Fe_2O_3$ ) varie entre 0,9 % et 1,2 %. Les oxydes de rubidium ( $Rb_2O$ ) sont présents entre 0,6 % et 1,4 %, ce qui est cohérent avec le comportement géochimique du rubidium qui substitue souvent le potassium dans les micas. Enfin, l'oxyde de magnésium ( $MgO$ ) présente des teneurs relativement faibles variant entre 0,5 % et 1,7 %.

### 3.2 Profils normalisés des compositions chimiques des échantillons de lépidolite analysés par fluorescence X (XRF)

La figure ci-après illustre les profils normalisés des compositions chimiques des échantillons de lépidolite analysés par fluorescence X. Les valeurs représentées correspondent au rapport entre la teneur de chaque élément dans un échantillon donné et la teneur moyenne calculée pour l'ensemble des échantillons étudiés. Cette représentation permet de visualiser les variations relatives de composition chimique entre les échantillons et de mettre en évidence les enrichissements ou appauvrissements de certains éléments par rapport à la moyenne globale.

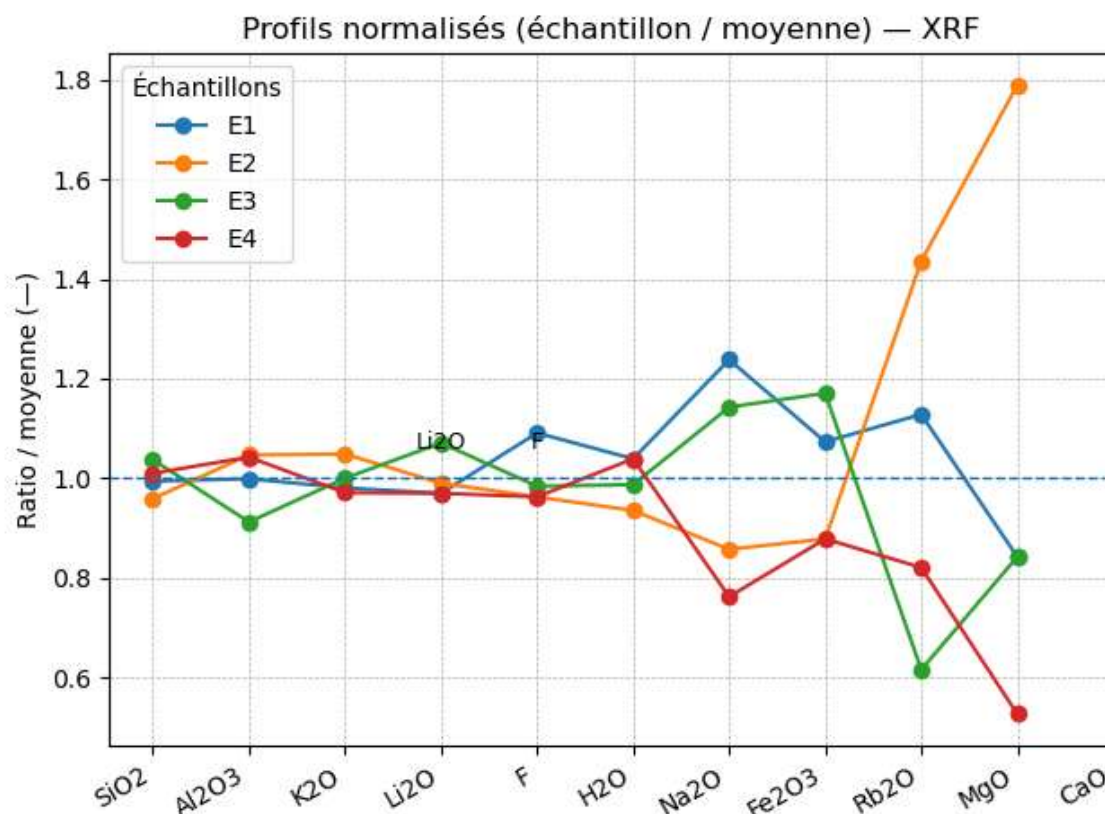


Figure 2: Profils normalisés des compositions chimiques des échantillons de lépidolite analysés par fluorescence X (XRF)

### Interprétation

L'observation de la figure montre que les éléments majeurs tels que le dioxyde de silicium et l'oxyde d'aluminium présentent des variations relativement faibles entre les différents échantillons. Les valeurs normalisées du SiO<sub>2</sub> sont proches de l'unité, avec environ 1,00 pour l'échantillon E1, 0,96 pour l'échantillon E2, 1,04 pour l'échantillon E3 et environ 1,02 pour l'échantillon E4, ce qui indique une distribution relativement homogène de la silice dans les échantillons étudiés. De même, les valeurs normalisées de l'oxyde d'aluminium varient autour de l'unité, avec environ 1,00 pour E1, 1,05 pour E2, 0,91 pour E3 et 1,04 pour E4, confirmant la stabilité relative de cet élément dans la structure minérale de la lépidolite. Concernant l'oxyde de potassium, les valeurs normalisées restent également proches de l'unité, avec environ 1,00 pour E1, 1,05 pour E2, 0,97 pour E3 et 0,98 pour E4. Cette homogénéité reflète la présence régulière du potassium dans la structure cristalline du mica. L'oxyde de lithium, élément d'intérêt principal pour cette étude, présente également des variations limitées avec des valeurs normalisées d'environ 1,00 pour E1, 1,02 pour E2, 1,09 pour E3 et 0,98 pour E4. L'échantillon E3 apparaît ainsi légèrement enrichi en lithium par rapport à la moyenne des échantillons. L'analyse des éléments secondaires révèle toutefois des variations plus marquées. Pour le fluor, les valeurs normalisées sont proches de l'unité, avec environ 1,09 pour l'échantillon E1, 0,97 pour E2, 0,99 pour E3 et 0,96 pour E4, ce qui indique une distribution relativement uniforme du fluor dans le lépidolite étudié. En revanche, l'oxyde de sodium présente une variabilité plus importante, avec une valeur d'environ 1,24 pour l'échantillon E1, tandis que les échantillons E2 et E4 montrent des valeurs plus faibles proches de 0,85 et 0,76 respectivement, alors que l'échantillon E3 présente une valeur intermédiaire d'environ 1,14. Les variations deviennent encore plus significatives pour certains éléments traces. L'oxyde de rubidium montre un enrichissement notable dans l'échantillon E2 avec une valeur normalisée d'environ 1,43, tandis que les

échantillons E1 et E4 présentent des valeurs respectives d'environ 1,13 et 0,82, et l'échantillon E3 une valeur plus faible proche de 0,61. De même, l'oxyde de magnésium présente une variation importante avec une valeur normalisée d'environ 1,79 pour l'échantillon E2, alors que les échantillons E1 et E3 présentent des valeurs d'environ 0,84 et 0,85 et que l'échantillon E4 montre une valeur plus faible proche de 0,53.

### 3.3 Effet de la calcination et des conditions de digestion acide sur le rendement d'extraction du lithium

La figure ci-dessous présente l'influence de la calcination thermique et des conditions opératoires de digestion acide sur le rendement d'extraction du lithium à partir de la lépidolite étudiée. La première représentation met en évidence l'effet de la température de calcination sur la perte de masse du minerai, tandis que la seconde présente une carte iso-rendement modélisée en fonction de la température et du temps de digestion dans le procédé de grillage acide. Ces représentations permettent d'analyser l'activation thermique du minerai ainsi que l'optimisation des paramètres opératoires du procédé d'extraction.

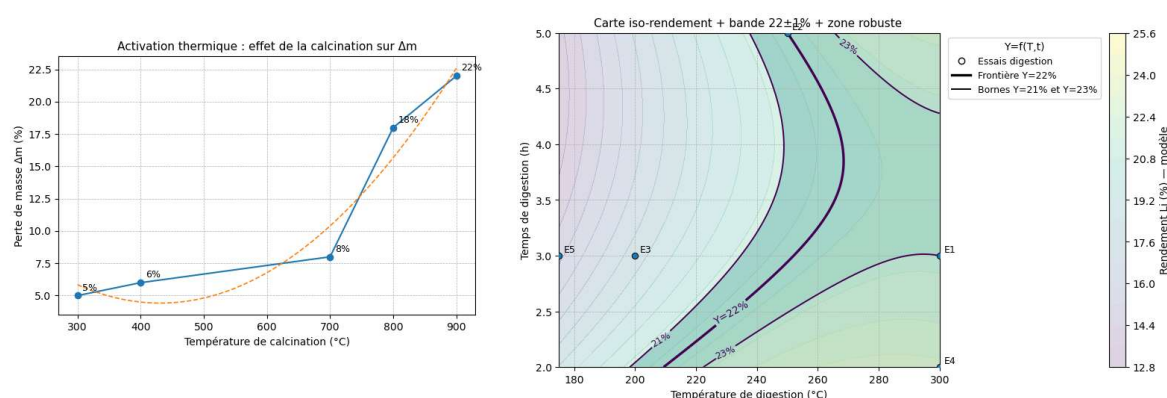


Figure 3: Effet de la calcination et des conditions de digestion acide sur le rendement d'extraction du lithium

### Interprétation

L'analyse de la courbe représentant la perte de masse en fonction de la température de calcination montre une augmentation progressive de la perte de masse lorsque la température augmente. À 300 °C, la perte de masse observée est d'environ 5 %, ce qui indique une faible décomposition thermique du minerai. Lorsque la température atteint 400 °C, la perte de masse augmente légèrement pour atteindre environ 6 %, ce qui peut être associé à l'élimination partielle de l'eau structurale et de certains composés volatils présents dans la structure minérale. À 700 °C, la perte de masse atteint environ 8 %, ce qui traduit une transformation minéralogique plus importante dans la structure de la lépidolite. Cette transformation devient plus marquée lorsque la température atteint 800 °C, où la perte de masse atteint environ 18 %, indiquant une déstabilisation plus significative du réseau cristallin. La perte de masse maximale est observée à 900 °C avec une valeur d'environ 22 %, ce qui suggère une activation thermique importante du minerai favorisant la libération du lithium lors des étapes ultérieures de lixiviation. La seconde représentation montre l'influence combinée de la température de digestion et du temps de réaction sur le rendement d'extraction du lithium. La carte iso-rendement met en évidence différentes zones correspondant aux variations du rendement d'extraction modélisé. Les essais expérimentaux indiquent que pour une température de digestion d'environ 200 °C et un temps de réaction d'environ 3 heures, le rendement d'extraction se situe autour de 21 %. Lorsque la température augmente vers 300 °C avec un temps de digestion d'environ 3 heures, le rendement atteint environ 23 %, ce qui correspond à une amélioration notable de l'efficacité du procédé. À une température d'environ 300 °C et un temps de digestion proche de 2 heures, le rendement reste relativement élevé et se situe autour de 22 %, ce qui indique que l'augmentation de la température peut compenser une réduction du temps de réaction. La zone comprise entre les courbes correspondant à des rendements de 21 % et 23 % représente une zone dite robuste du procédé, dans laquelle les conditions opératoires permettent d'obtenir des rendements relativement stables. Cette zone est principalement située pour des températures de digestion comprises approximativement entre 240 °C et 300 °C et pour

des temps de digestion compris entre environ 2,5 et 4 heures. L'analyse de cette zone suggère que ces conditions opératoires constituent un domaine favorable pour l'optimisation de l'extraction du lithium à partir du lépidolite étudié. Dans l'ensemble, ces résultats montrent que l'augmentation de la température de calcination favorise l'activation thermique du minerai et facilite les transformations structurales nécessaires à la libération du lithium. Par ailleurs, l'augmentation de la température de digestion acide améliore également le rendement d'extraction, en particulier lorsque cette augmentation est associée à un temps de réaction suffisant pour permettre la diffusion et la réaction complète des ions hydrogène avec la structure du minéral. Ces observations confirment l'importance du contrôle des paramètres thermiques et cinétiques dans l'optimisation du procédé d'extraction du lithium à partir du lépidolite.

### 3.4 Comparaison du rendement d'extraction du lithium entre lépidolite non calcinée et lépidolite calcinée

La figure suivante présente une comparaison du rendement d'extraction du lithium obtenu à partir du lépidolite non calciné et du lépidolite ayant subi une calcination préalable à 800 °C. Cette représentation permet d'évaluer l'influence de l'activation thermique du minerai sur l'efficacité du procédé de grillage à l'acide sulfurique. Les essais ont été réalisés sous différentes conditions de température et de temps de digestion afin d'analyser l'évolution du rendement d'extraction du lithium.

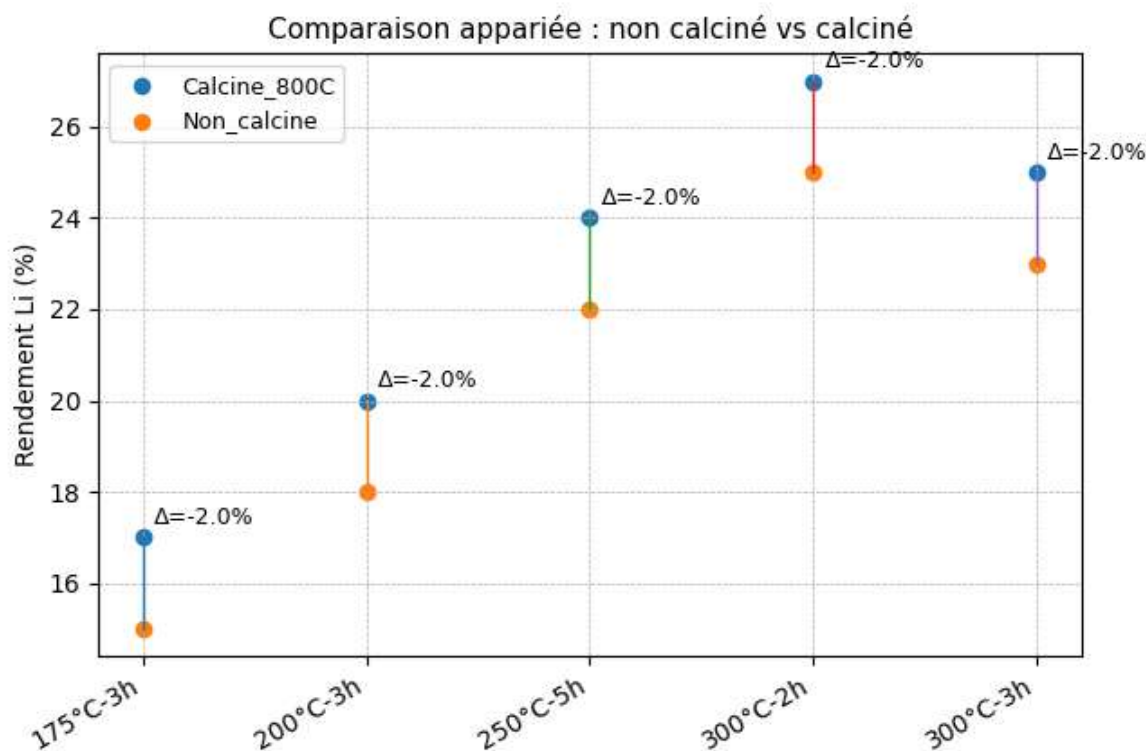


Figure 4: Comparaison du rendement d'extraction du lithium entre lépidolite non calcinée et lépidolite calcinée

### Interprétation

L'observation de la figure montre que, pour l'ensemble des conditions expérimentales étudiées, le rendement d'extraction du lithium est systématiquement plus élevé lorsque le lépidolite est préalablement calciné. À une température de digestion de 175 °C pendant 3 heures, le rendement obtenu avec le minerai non calciné est d'environ 15 %, tandis que celui obtenu avec le minerai calciné atteint environ 17 %, ce qui correspond à une amélioration d'environ 2 %. Cette augmentation peut s'expliquer par les transformations structurales provoquées par la calcination, qui favorisent l'accessibilité du lithium lors de la réaction avec l'acide

sulfurique. Lorsque la température de digestion est portée à 200 °C pendant 3 heures, le rendement d'extraction du lithium augmente pour atteindre environ 18 % dans le cas du minerai non calciné et environ 20 % dans le cas du minerai calciné. L'écart observé entre les deux conditions reste d'environ 2 %, confirmant l'effet positif de la calcination sur la réactivité du minerai. À une température de digestion de 250 °C et un temps de réaction de 5 heures, le rendement d'extraction atteint environ 22 % pour le minerai non calciné, tandis qu'il atteint environ 24 % pour le minerai calciné. Cette augmentation du rendement avec la température et le temps de digestion suggère une amélioration de la cinétique de dissolution du lithium dans le milieu sulfurique. Les rendements les plus élevés sont observés à une température de digestion de 300 °C. Pour un temps de réaction de 2 heures, le rendement atteint environ 25 % pour le minerai non calciné et environ 27 % pour le minerai calciné. Lorsque le temps de digestion est porté à 3 heures à la même température, le rendement obtenu est d'environ 23 % pour la lépidolite non calcinée et d'environ 25 % pour la lépidolite calcinée. Les résultats montrent que la calcination du minerai avant le traitement acide améliore systématiquement le rendement d'extraction du lithium d'environ 2 % pour les différentes conditions expérimentales étudiées. Cette amélioration peut être attribuée aux modifications structurales induites par la calcination, notamment la déshydroxylation et la déstabilisation partielle du réseau cristallin du lépidolite, ce qui facilite la diffusion des ions hydrogène et la libération du lithium sous forme de sulfate soluble lors du processus de lixiviation. Ces observations confirment ainsi l'intérêt de l'étape de calcination dans l'optimisation du procédé d'extraction du lithium à partir du lépidolite.

#### 4. DISCUSSION

Les résultats obtenus montrent que le lépidolite provenant du gisement de Tsitondroina, situé dans la région de Haute Matsiatra, district d'Ikalamavony (Madagascar), présente une composition chimique caractéristique des pegmatites lithinifères. Les analyses par fluorescence X indiquent que les principaux constituants du minerai sont le dioxyde de silicium (49,0–53,0 %), l'oxyde d'aluminium (21,0–24,1 %) et l'oxyde de potassium (10,0–10,8 %), tandis que la teneur en  $\text{Li}_2\text{O}$  varie entre 4,8 % et 5,3 %. Ces valeurs sont cohérentes avec celles généralement rapportées pour le lépidolite dans les gisements pegmatitiques granitiques, où le lithium est incorporé dans la structure cristalline des micas aluminosilicatés [14]. La présence de fluor, avec des teneurs comprises entre 4,5 % et 5,1 %, confirme également la nature fluorée du lépidolite et son rôle dans la stabilité structurale du minéral. L'étude de l'effet de la calcination montre une augmentation progressive de la perte de masse du minerai avec la température, passant d'environ 5 % à 300 °C jusqu'à près de 22 % à 900 °C. Cette évolution peut être attribuée principalement à la déshydroxylation des micas et à la décomposition partielle des phases minérales, ce qui entraîne une modification de la structure cristalline du minerai. Des travaux antérieurs ont montré que la calcination permet de fragiliser la structure des minéraux lithinifères, facilitant ainsi l'attaque acide et la libération du lithium lors des étapes de lixiviation [15]. Les essais de digestion sulfurique ont également montré que la température et le temps de réaction jouent un rôle déterminant dans l'efficacité de l'extraction du lithium. Les résultats expérimentaux indiquent que le rendement d'extraction augmente avec l'élévation de la température et la prolongation du temps de digestion. Le rendement maximal observé dans cette étude atteint environ 27 % pour le lépidolite calciné à une température de digestion de 300 °C pendant 2 heures, contre environ 25 % pour le minerai non calciné dans les mêmes conditions. Cette amélioration peut être attribuée à l'activation thermique du minerai, qui favorise la diffusion des ions hydrogène dans la structure minérale et accélère la formation de sulfate de lithium soluble. Ces observations sont en accord avec les études hydrométallurgiques précédentes qui indiquent que la combinaison d'une calcination préalable et d'une digestion sulfurique constitue une méthode efficace pour l'extraction du lithium à partir de minerais de lépidolite. La transformation thermique de la structure cristalline augmente en effet la surface réactive du minerai et améliore la cinétique de réaction avec l'acide sulfurique [16]. Ainsi, les résultats obtenus dans cette étude confirment que l'optimisation des paramètres thermiques et cinétiques du procédé constitue un facteur clé pour améliorer le rendement d'extraction du lithium à partir du lépidolite. L'utilisation d'outils de modélisation numérique a également permis de mieux comprendre l'influence combinée des paramètres opératoires et de définir une zone expérimentale favorable à l'amélioration de l'efficacité du procédé.

#### 5. CONCLUSION

Cette étude a permis d'évaluer le potentiel d'extraction du lithium à partir du lépidolite provenant du gisement de Tsitondroina, situé dans la région de Haute Matsiatra, district d'Ikalamavony (Madagascar), à travers une approche combinant caractérisation géochimique, expérimentation hydrométallurgiques et modélisation numérique. L'analyse chimique par fluorescence X a montré

que le minéral est principalement constitué de  $\text{SiO}_2$  (49,0–53,0 %),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (21,0–24,1 %) et  $\text{K}_2\text{O}$  (10,0–10,8 %), avec une teneur en  $\text{Li}_2\text{O}$  comprise entre 4,8 % et 5,3 %, confirmant la présence significative de lithium dans la structure du lépidolite. L'étude de l'effet de la calcination a mis en évidence une augmentation progressive de la perte de masse du minéral avec la température, atteignant environ 22 % à 900 °C, ce qui traduit une activation thermique importante du matériau. Cette transformation structurale favorise la réactivité du minéral lors de l'attaque acide. Les essais de digestion sulfurique ont montré que le rendement d'extraction du lithium dépend fortement des paramètres opératoires, notamment la température et le temps de digestion. Le rendement maximal observé atteint environ 27 % pour le lépidolite calciné à une température de digestion de 300 °C pendant 2 heures, contre environ 25 % pour le lépidolite non calciné. L'utilisation d'outils de modélisation et d'analyse numérique sous Python a également permis d'explorer l'influence combinée des paramètres expérimentaux et d'identifier une zone opératoire favorable à l'optimisation du procédé. Dans l'ensemble, ces résultats confirment que le lépidolite du gisement de Tsitondroina constitue une ressource potentielle pour la production de composés de lithium et que l'optimisation des conditions de calcination et de digestion sulfurique représente une voie prometteuse pour améliorer l'efficacité du procédé d'extraction.

## REFERENCES

- [1] Tarascon, J.M. & Armand, M., 2001. Issues and challenges facing rechargeable lithium batteries. *Nature*, 414, pp.359-367.
- [2] Flexer, V., Baspineiro, C.F. & Galli, C.I., 2018. Lithium recovery from brines: A vital raw material for green energies with a potential environmental impact in its mining and processing. *Science of the Total Environment*, 639, pp.1188-1204.
- [3] Garrett, D.E., 2004. *Handbook of Lithium and Natural Calcium Chloride*. Burlington: Elsevier Academic Press.
- [4] London, D., 2008. *Pegmatites*. Canadian Mineralogist Special Publication 10, Mineralogical Association of Canada.
- [5] Meshram, P., Pandey, B.D. & Mankhand, T.R., 2014. Extraction of lithium from primary and secondary sources by pre-treatment, leaching and separation. *Hydrometallurgy*, 150, pp.192-208.
- [6] Chen, Y., Tian, Q., Chen, B. & Shi, X., 2011. Preparation of lithium carbonate from lepidolite by sulfuric acid leaching. *Minerals Engineering*, 24, pp.249-254.
- [7] Kesler, S.E. et al., 2012. Global lithium resources: Relative importance of pegmatite, brine and other deposits. *Ore Geology Reviews*, 48, pp.55-69.
- [8] Van Rossum, G. and Drake, F.L., 2009. *Python 3 Reference Manual*. Scotts Valley, CA: CreateSpace.
- [9] Harris, C.R., Millman, K.J., van der Walt, S.J., Gommers, R., Virtanen, P., Cournapeau, D. et al., 2020. Array programming with NumPy. *Nature*, 585, pp.357–362.
- [10] McKinney, W., 2010. Data structures for statistical computing in Python. In: *Proceedings of the 9th Python in Science Conference*, pp.51–56.
- [11] Hunter, J.D., 2007. Matplotlib: A 2D graphics environment. *Computing in Science & Engineering*, 9(3), pp.90–95.
- [12] Pedregosa, F., Varoquaux, G., Gramfort, A., Michel, V., Thirion, B., Grisel, O. et al., 2011. Scikit-learn: Machine learning in Python. *Journal of Machine Learning Research*, 12, pp.2825–2830.
- [13] Virtanen, P., Gommers, R., Oliphant, T.E., Haberland, M., Reddy, T., Cournapeau, D. et al., 2020. SciPy 1.0: Fundamental algorithms for scientific computing in Python. *Nature Methods*, 17, pp.261–272.
- [14] London, D., 2008. *Pegmatites*. Mineralogical Association of Canada, Special Publication 10.
- [15] Meshram, P., Pandey, B.D. & Mankhand, T.R., 2014. Extraction of lithium from primary and secondary sources by pre-treatment, leaching and separation. *Hydrometallurgy*, 150, pp.192–208.

- [16] Chen, Y., Tian, Q., Chen, B. & Shi, X., 2011. Preparation of lithium carbonate from lepidolite by sulfuric acid leaching. Minerals Engineering, 24, pp.249–254.