



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
People's Democratic republic of Algeria
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministry of Higher Education and Scientific Research
جامعة عبد الحميد بن باديس – مستغانم
Abdel Hamid Ibn Badis University – Mostaganem
كلية العلوم والتكنولوجيا
Faculty of Sciences and Technology
قسم هندسة الطرائق



Department of Process Engineering

N° d'ordre : M2...../GPE/2021

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DE MASTER ACADEMIQUE

Filière : Génie des procédés

Option : Génie des procédés de l'environnement

Thème

**Analyse et contrôle de qualité des dérivés silicates et chloré de la
société ADWAN CHEMICAL LIMITED**

Présenté par

1-DERKAOUI Abdelkader Mehdi

2-SENOUCI Raid

Soutenu le 12/07/ 2021 devant le jury composé de :

Président:	BESTANI Benaouda	Pr	Université de Mostaganem
Examineurs :	MEKHATRIA Djilali	MCB	
	TOUMI Imane	MCB	Université de Mostaganem
	SOLTANE Khadidja	MAA	
Encadrant :	MEROUANI Djilali Redha	Pr	Université de Mostaganem

Année universitaire 2021 / 2021

Dédicaces

Au nom de Dieu le Clément le Miséricordieux, louange à ALLAH le tout puissant. En tout premier lieu, je remercie le bon DIEU, tout puissant, de m'avoir donné la force pour survivre, ainsi que l'audace pour dépasser toutes les difficultés.

Je dédie mon mémoire à :

Mes chers parents, que nulle dédicace ne puisse exprimer mes sincères sentiments pour leurs patiente illimité, leur encouragement contenu, leur aide et témoignage de mon profond amour et respect pour leurs grands sacrifices

Mes chères sœurs Aya Anfal et Alaa Israa pour leur grand amour et soutien qu'ils trouvent ici l'expression de ma haute gratitude

Mes professeurs et mes enseignants pendant ces cinq ans dans l'université, surtout mon encadreur Pr. Merouni pour son guide, tutorat et encouragement au cours de préparation de mémoire.

Mon ami et binôme Raid

A mes amis et tous les membres de ma famille et à ceux que j'aime

Abdelkader Mehdi Derkaoui

Avec un grand plaisir, je dédie ce modeste travail à :

Mes chers parents

Mon frère Mohamed Nadjim & ma sœur Rouida

Que j'adore et que j'estime beaucoup,

Je les remercie pour leurs encouragements et sacrifice

La famille Bechaoui

Spéciale dédicace à mon ami Abdelkader boudjemline

Et surtout mon binôme Mehdi qui a partagé avec moi ce travail

RAID SENOUCI.

Remerciements



Nous remercions notre dieu qui nous a donné la force et la patience pour terminer ce travail.

*Nous remercions profondément notre encadreur **Mr MEROUANI DR**, Professeur à l'université de Mostaganem, Pour ses précieux conseils et son aide durant toute la période du travail. Nous voudrions également lui témoigner notre gratitude pour sa patience et son soutien qui nous a été précieux afin de mener notre travail à bon port.*

*Nous tenons à remercier **Mr BESTANI B**, Professeur à l'université de Mostaganem, d'avoir accepté de présider le jury.*

*Que Mesdames, **TOUMI I, & SOLTANE K**, respectivement Maître de conférences et Maître assistante à l'université de Mostaganem, ainsi que **Mr MEKHATRIA D**, trouvent ici l'expression de nos sincères remerciements, pour avoir accepté d'examiner ce mémoire.*

Nous présentons toutes nos expressions de remerciement et notre profonde gratitude à tout l'ensemble du personnel de la société ADWAN - Mostaganem

Un grand merci à tous ceux qui nous ont soutenus durant nos études.



Et Merci

Sommaire

Introduction générale.....	03
----------------------------	----

Chapitre I : Présentation de l'entreprise

I.1.Introduction.....	05
I.2.Production des silicates.....	05
I.2.1.Farine de silice.....	05
a.Lavage de sable brut.....	06
b.Séchage du sable.....	06
c.Broyage.....	07
d.Tamisage de farine de sable.....	07
I.2.2.Silicate de sodium.....	07
I.3.Usine de chlore et dérivés.....	08
a.Préparation de la saumure pure.....	09
b.Déionisation des saumures.....	10
c.production d'hypochlorite de sodium.....	11

Chapitre II: Partie expérimentale

II.1.Introduction.....	12
II.2.Laboratoire Contrôle de Qualité.....	12
II.3.Techniques d'analyses des produits sableux.....	13
a.Spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA).....	13
b.Dosage de métaux par ICP-MS dans le sable.....	14
c. Détermination du taux d'humidité.....	15
d. Détermination du taux de la matière organique.....	15
e. Analyse du SiO ₂	15
f. Analyse granulométrique.....	16
II.4.Techniques d'analyses des produits chlorés.....	17
II.4.1.Détermination d'hydroxyde de sodium et carbonate de sodium dans le produit l'hypochlorite de sodium (NaClO).....	17

II.4.2.Détermination d'hypochlorite de sodium (NaClO) et de chlore actif contenu dans le produit hypochlorite de sodium.....	18
II.5.Résultats des analyses.....	18
II.5.1.Analyse chimique.....	18
II.5.2.Analyse granulométrique et taux d'argile	19
II.5.3.Analyse d'Hypochlorite de sodium.....	24
Conclusion générale.....	26
Référence bibliographiques.....	27

Liste des figures

Chapitre I : Présentation de l'entreprise

Figure I.1 Farine de silice.....	05
Figure I.2 Lavage du sable brut.....	06
Figure I.3 Sable humide siliceux.....	06
Figure I.4 Séchage du sable humide.....	06
Figure I.5 tamisage et stockage de la farine de silice.....	06
Figure I.6 Silicate de sodium solide.....	07
Figure I.7 Silicate de sodium liquide.....	08
Figure I.8 Sel brut.....	09
Figure I.9 Filtre a saumures (Precoat).....	09
Figure I.10 Cuve (réacteur) de traitement.....	10
Figure I.11 Electrolyseur de chlorure.....	10
Figure I.12 stockage des saumures.....	10
Figure I.13 électrolyse à membrane.....	11

Chapitre II: Partie expérimentale

Figure II.1 Analyse du chlore et dérivés.....	12
Figure II.2 Analyse des sables.....	12
Figure II.3 Appareillage SAA.....	13
Figure II.4 Schéma d'un SAA.....	13
Figure II.5 Batterie de tamisage.....	16
Figure II.6 Distribution granulométrique du sable brut d ELARICHA-1er essai.....	20
Figure II.7 Distribution granulométrique du sable brut d ELARICHA-2eme essai.....	21
Figure II.8 Distribution granulométrique du sable brut Hassi Messaoud-1er essai.....	22
Figure II.9 Distribution granulométrique du sable brut Hassi Messaoud-2eme essai.....	23

Liste des tableaux

Tableau II.1 Analyse chimique des sables bruts de EL'Arricha et Hassi Messaoud.....	18
Tableau II.2 Analyse chimique des sables lavés de EL'Arricha et Hassi Messaoud.....	19
Tableau II.3 Analyse granulométrique et taux d'argile du sable brut d'El Arricha.....	20
Tableau II.4 Analyse granulométrique et taux d'argile du sable brut de Hassi Messaoud.....	22
Tableau II.5 analyse de l'hypochlorite de sodium.....	24

Introduction générale

Référence bibliographique

La silice constitue environ un cinquième de la croûte terrestre, sous forme de roches ignées, métamorphiques et sédimentaires, cependant, il est de plus en plus difficile de trouver des gisements de haute pureté sur le marché. Il est généralement extrait pour être exploité comme sable de verrerie, sable industriel ou sable de fonderie et son utilisation finale dépendra de son taux d'impuretés chimiques, de sa distribution granulométrique et de la forme des particules.

Les sables industriels sont utilisés dans la fabrication de verres industriels, des fenêtres et des écrans d'ordinateur, mais également dans les terrains de golf, les fonderies, le dynamitage, les moulages métalliques et les charges de peinture, ou encore dans la fabrication de produits chimiques, de prismes, de lentilles, d'abrasifs, d'éléments réfractaires, des instruments de précision, des produits d'isolation et même des pierres précieuses.

L'obtention des sables possédant les qualités physico-chimiques voulues dépend d'une façon prépondérante de celles du sable brut, donc du gisement, de son choix et de son exploitation et, d'une moindre façon, du traitement assez simple que l'on peut lui faire subir. Pour un producteur de sable la possibilité de fournir les verreries sur une longue période suppose la maîtrise d'un certain nombre de contraintes parmi lesquels nous retiendrons plus particulièrement la maîtrise foncière du gisement, le permis d'exploitation et le respect des contraintes liées à l'environnement. L'homogénéisation des lots extraits, les coupures granulométriques, le lavage-attribution (élimination des argiles et donc diminution des teneurs en oxydes de Fe et Al), les séparations densimétrique et magnétique, l'essorage et le traitement à la vapeur, font partie des opérations de traitement qui peuvent être mises en jeu pour transformer les sables bruts et produits finis à usage verrier. Le prélèvement régulier d'échantillons permet le contrôle de la qualité définie dans les cahiers des charges établis par les partenaires. Dans ce contexte, nous nous sommes intéressés dans le cadre de notre mémoire de fin d'études aux procédés de traitement et purification des sables au niveau de la société **ADWAN CHEMICALS ALGERIA** sise à Fornara Mostaganem. L'objectif de notre travail est d'accompagner un contrôle de qualité des produits sableux et chlorés de l'usine au niveau de son laboratoire interne. Pour cela le mémoire est subdivisé en deux chapitres, le premier chapitre comprend une présentation de l'usine ADWAN ainsi que les unités de traitement de sable et produits chlorés. Quant au second chapitre, il regroupe les protocoles des différentes

Référence bibliographique

techniques d'analyses des sables et dérivés chlorés suivi des résultats et interprétation des tests obtenus lors de notre stage.

Chapitre I

I.1.Introduction :

Adwan Chemical Industries Co. Ltd (**ACIC**) est une filiale privée de Adwan Development Co. du Royaume d'Arabie Saoudite. Elle a été créée le 19 mai 2004 dans le cadre de l'extension des activités de la société mère, située en Arabie Saoudite. Elle est basée à l'Ouest de l'Algérie dans la zone industrielle de la commune de Fornaka, Wilaya de Mostaganem, sur une superficie de 70.000 m².

La société se spécialise dans la production et commercialisation des produits chimiques inorganiques et la transformation des minéraux industriels. Ils exploitent parfaitement deux des vastes ressources naturelles de l'Arabie Saoudite : l'énergie pétrolière et le sable blanc à haute teneur de silice pour produire différentes qualités du sable siliceux, de la farine de silice, des silicates et des aluminates. Société accréditée ISO 9001:2000 avec une vision est d'être le premier fabricant et fournisseur fiable de leurs produits chimiques au niveau régional et international. La vocation principale de l'entreprise est de garantir aux clients locaux et étrangers une gamme de produits de haute qualité, et ce, grâce à un laboratoire de contrôle qualité bien équipé, animé par un staff diplômé, qualifié et expérimenté.

I.2.Production des silicates :

I.2.1. Farine de silice :

Adwan offre une grande pureté, la farine de silice fine avec des tailles de particules allant de 8 à 100 microns mètre dans des emballages différents. La farine de silice est le résultat d'un broyage du sable siliceux industriel après lavage et le séchage du sable brute. Trois types de sables bruts sont apportés des gisements situant à HASSI MESSAOUD (Ouargla) et EL ARRYCHA (Tlemcen). Chaque type de sable a ses propres caractéristiques physico-chimiques : la couleur, la granulométrie, le taux d'argile et la composition chimique.



Figure I.1 Farine de silice

a. Lavage de sable brut : Dans cette unité de sable est trié par tamisage puis lavé aux eaux, Du tri des tas de sable brut, ils dégagent des argiles très fins et des Cailloux considérés comme déchets ; du sable moyen de 0,7 – 5 mm de granulométrie ; du sable ferreux et du sable siliceux humide de taille inférieur a 0,7 mm



b. Séchage du sable : Dans cette unité le sable humide est séché dans un four rotatif qu'il puisse être tamisé selon la granulométrie désirée par les clients. Le sable séché est broyé, tamisé est stocké dans des big-bag de 25 kg et 50kgsacs en polypropylène tissé et/ou sacs de 1 et 1,25 tonne en polypropylène grand récipient



c.Broyage : Dans cette partie le sable est mis avec des boules de alumine ce dernier est un genre de marbre qui ne diminue pas la qualité du produit fini, ils sont mis dans un conteneur cylindrique rotatif pendants quelque heurs pour diminué le diamètre du produit jusqu'à $d < 100 \mu\text{m}$ une part de ce dernier est stocké dans des sacs de 25 kg et 50 kg et/ou 1 et 1.25 tonne grand récipient, l'autre part est envoyer vers la production de silicate de sodium.

remarque :

Le sable blanc est broyé avec des boules d'acier et non d'acier pour ne pas diminuer la pureté de sable avec l'oxydation du fer.

d.Tamisage de farine de sable :

Cette étape est intéressante, parce que les petites dimensions de la farine rend l'opération difficile à cause de la volatilité des particule.

Mais l'opération quand nous avons vu chez ADWAN fait utiliser ce point faible pour leur avantage, ils utilisent un récipient où il a des grand éventails, les particules les plus lourds vont se sédimer plus vite que les légers, au fond du récipient nous trouvons la farine de sable séparé et tamiser.

La farine de silice est appliquée dans le :

- Vitrage des médias dans l'industrie céramique.
- Cimentation de puits de pétrole de forage.
- Charge dans les peintures et les couches de poudre.
- Additif dans les produits chimiques de construction et produits d'étanchéité.
- Filler dans les plastiques. Emballage

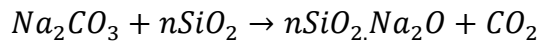
I.2.2Silicate de sodium :

Les silicates de sodium sont utilisés comme matière première pour plusieurs applications tel que les gels de silice, les catalyseurs, encres, constituant des détergents et des savons Chez Adwan, les silicates de sodium sont produits par une réaction entre la farine de silice (source de



Figure I.6 Silicate de sodium solide

SiO₂) et l'hydroxyde de sodium aqueux (NaOH). Le sable siliceux est mélangé aux carbonates de sodium (Na₂CO₃) puis calciné dans des fours appropriés à 1400-1500°C



Le solide produit $nSiO_2.Na_2O$ est dissout dans l'eau sous pression et température élevées puis la solution de silicate de sodium et les impuretés sont Filtrées selon le degré de pureté désiré. L'eau est évaporée et ils récupèrent les cristaux des silicates de sodium.



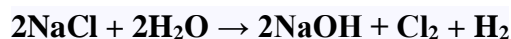
Figure I.7 Silicate de sodium liquide

On y produit également des silicates de sodium liquide via un processus dit *Hydrothermal Procès* basé sur la réaction entre la silice et l'hydroxyde de sodium aqueux dans l'autoclave sous pression et température élevées, sans calcination.

I.3.Usine de chlore et dérivés :

Cette partie du groupe Adwan a été mise en service en décembre 2012, elle produit :

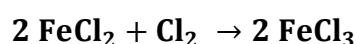
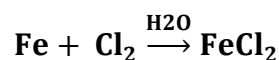
- 35 600 T/j du chlore liquide, par condensation et compression du chlore gazeux produit par l'électrolyse de la saumure et séché dans l'acide sulfurique.
- 24 000 T/an de soude caustique par électrolyse d'une solution de chlorure de sodium NaCl selon la réaction suivante



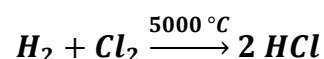
- 42 000 T/ d'hypochlorite de sodium, par barbotage du chlore gazeux dans la soude caustique diluée. Le chlore et la soude utilisés sont obtenus par électrolyse de la saumure (NaCl).



- 30 000 T/an de chlorure ferrique obtenu par réaction de fer avec le chlore en présence d'eau



- 22 300 T/an d'acide chlorhydrique selon la réaction suivante :



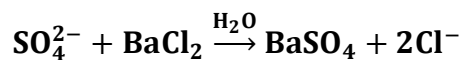
a. Préparation de la saumure pure :

Le sel utilisé dans cette section est le NaCl de qualité industrielle apporté de la ville d'Oued, ce dernier est mélangé aux eaux pour faire une eau chargée de sel à concentration de 300 à 310 g/L à une température supérieure à 45°C, nommée saumure. Les saumures sont traitées et purifiées des contaminants susceptibles de bousiller les électrodes et les cellules d'électrolyse.

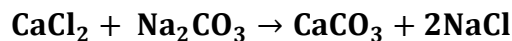


Figure I.8 Sel brut.

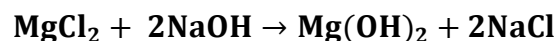
Les principaux éléments à éliminer sont le Ca^{2+} et le Mg^{2+} , ajoutés aux sels de sulfate métallique. Les ions sulfates sont éliminés dans la première cuve par précipitation en présence des chlorures de baryum :



Une fois débarrassée des sulfates, les saumures sont traitées dans la deuxième cuve aux carbonates de sodium ou les ions calcium sont piégés sous forme de carbonates de calcium.



Les saumures sont traitées finalement dans un milieu alcalin dans la troisième cuve, où de l'hydroxyde de sodium et un agent de floculation sont introduits dans le même temps. L'hydroxyde de sodium permet de précipiter les ions magnésium



La solubilité de l'hydroxyde de magnésium dans la saumure saturée est proche de zéro, ce qui



Figure I.9 Filtre à saumures (Precoat)

conduit à nouveau à une précipitation instantanée. Cependant, la formation d'autres cristaux solides peut y avoir lieu au cours de la cinétique, ces derniers ont regroupés par l'agent floculant. Le temps de réaction dans chacune des cuves de traitement est d'environ 20 minutes. La saumure est ensuite envoyée vers le clarificateur où les précipités et floculant

formés sont éliminés puis filtré dans un filtre a saumure dit *precoat*.



Figure I.10 Cuve (réacteur) de traitement

b. Déionisation des saumures :

Les saumures filtrées contiennent toujours des ions Ca^{++} et Mg^{++} nocifs pour les membranes d'électrolyse. Les valeurs limites de concentrations sont de l'ordre de 20 ppb. La déionisation se fait dans des résines échangeuses d'ions. La saumure pure est filtrée puis stockée dans des grandes cuves dotées d'un appareil de chauffage de saumure et un mélangeur statique. La saumure pure est pompée vers la section d'électrolyse pour la production des dérivés chlorés.

L'électrolyse chlore-soude vise la production du dihydrogène, de la soude et du dichlore à partir de la saumure (eau chargée en NaCl) par l'apport d'électrique Les demi-réactions ayant lieu sont :

À l'anode :



À la cathode :

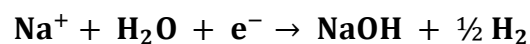


Figure I.11 Electrolyseur de chlorure



Figure I.12 stockage des saumures

Les demi-réactions doivent être isolées l'une de l'autre pour ne pas réaliser l'électrolyse de l'eau. Cet isolement peut se faire par une membrane qui confine les ions chlorure dans le bain anodique ou par catalyse (en utilisant, par exemple une

électrode de mercure liquide). L'électrolyse des saumures utilise un seul élément électrolyseur à membrane bipolaire. L'électrolyseur comporte 55 cellules qui ont le même nombre d'anode et de cathode.

Seuls les ions sodium (Na^+) vont migrer de l'anode vers la cathode à travers la membrane pour se combiner avec les ions hydroxydes (HO^-) pour former de la soude caustique (NaOH) de 31% à 32%. Cette dernière est collectée dans un réservoir de stockage puis diluée à 20% afin de l'utiliser dans la production de l'hypochlorite de sodium. Le chlore gazeux recueilli au niveau de l'anode sera acheminé vers le réacteur pour la production de l'hypochlorite de sodium (eau de Javel), et/ou pour la production d'autres produits comme : l'acide chlorhydrique HCl ; le chlorure ferrique FeCl_3 et chlore liquide Cl_2 .

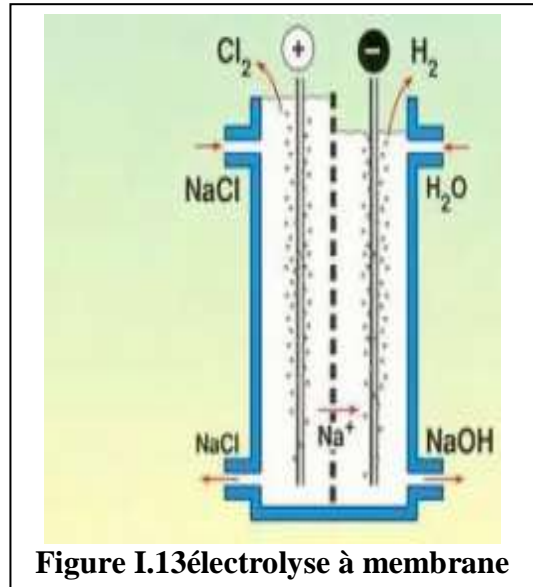


Figure I.13 électrolyse à membrane

L'hydrogène formé lors de la réduction de l'eau au niveau de la cathode sera dissipée dans l'atmosphère (air libre)

c. production d'hypochlorite de sodium :

La soude et le chlore qui sort de l'électrolyse sont acheminés vers l'hypo-réacteur ; où la soude se rentre sous forme d'une douche sur le chlore gaz avec l'hypochlorite de sodium qui est produite dans une colonne de neutralisation par la soude et le chlore ; l'hypochlorite de sodium produite est envoyer vers 2 bacs de stockage à 19 °C.

Chapitre II

II.1.Introduction :

Afin d'assurer la conformité du produit fini par rapport aux exigences de normes mondiales, et afin d'assurer son uniformité et sa stabilité de qualité, il est nécessaire d'effectuer une série d'analyses et les refaire au niveau du laboratoire. Durant notre stage, nous nous sommes intéressés au contrôle de qualité des produits sableux entrants et sortants à la société ainsi que les différentes analyses de conformité des composés chlorés et dérivés.

II.2.Laboratoire Contrôle de Qualité :

Le laboratoire d'ADWAN Algérie couvre une superficie de 174 m² dédié au contrôle de qualité des produits de l'usine, il constitue le garant de la qualité auprès des clients. Le laboratoire joue un rôle déterminant au niveau de toutes les étapes de la réalisation du produit. Il intervient au niveau de la sélection des matières premières, telles que le sable brut, la soude caustique écaillée (les principaux ingrédients qui rentrent dans la fabrication de ses produits) ainsi que le sel.

Chaque matière première réceptionnée et chaque produit fini fabriqué dans l'entreprise sont systématiquement échantillonnés et analysés dans le laboratoire, pour confirmer leur conformité par rapport aux normes et aux exigences des clients. Des contrôles de qualité sont effectués en cours de fabrication, pour assurer l'uniformité et la stabilité de la qualité des produits. Enfin, des certificats d'analyse sont



Figure II.1 Analyse du chlore et dérivés



Figure II.2 Analyse des sables

délivrés pour accompagner la marchandise expédiée au client.

II.3. Techniques d'analyses des produits sableux :

a. Spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA) :

La SAA est une technique d'analyse spectrale qui étudie les absorptions ou les émissions de lumière par l'atome libre. Les éléments inorganiques (métaux et non métaux) contenus dans un échantillon sont identifiés et quantifiés grâce à leur spectre atomique. Ceci n'est réalisable qu'à la condition qu'une partie significative de l'échantillon moléculaire, solide ou liquide,



Figure II.3 Appareillage SAA

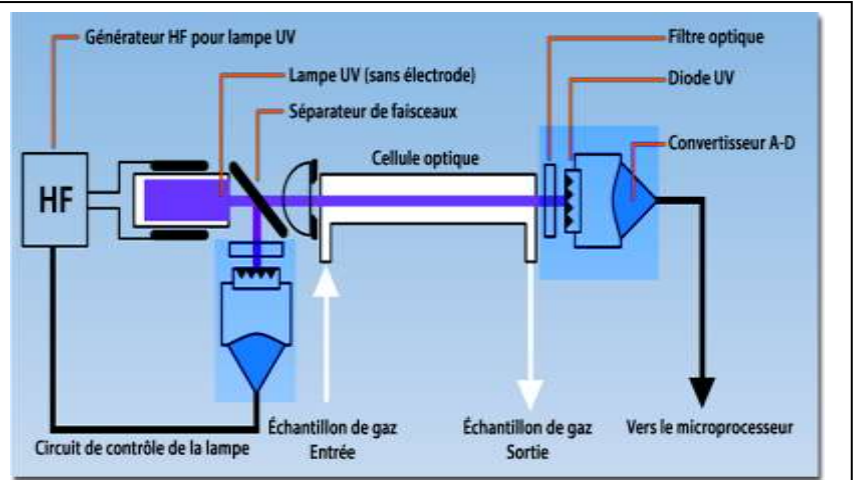


Figure II.4 Schéma d'un SAA

soit transformé en gaz atomique (vaporisation et atomisation).

Un spectrophotomètre d'absorption atomique comprend généralement une source, un atomiseur, un monochromateur, un détecteur et un dispositif d'acquisition.

La lampe à cathode creuse est constituée par une enveloppe de verre scellée et pourvue d'une fenêtre en verre ou en quartz contenant une cathode creuse cylindrique et une anode. La cathode est constituée de l'élément que l'on veut doser. Un vide poussé est réalisé à l'intérieur de l'ampoule qui est ensuite remplie d'un gaz rare (argon ou néon) sous une pression de quelques mmHg.

L'échantillon à analyser est en solution. Celle-ci est aspirée au moyen d'un capillaire par le nébuliseur. A l'orifice du nébuliseur, du fait de l'éjection d'un gaz à grande vitesse, il se crée une dépression (effet Venturi). La solution d'analyse est alors aspirée dans le capillaire et à la sortie, elle est pulvérisée en un aérosol constitué de fines gouttelettes. Cet aérosol pénètre alors dans la chambre de nébulisation dont le rôle est de faire éclater les gouttelettes et

d'éliminer les plus grosses. Ce brouillard homogène pénètre alors dans le brûleur puis dans la flamme. Au bout d'un certain parcours au seuil de la flamme, le solvant de la gouttelette est éliminé, il reste les sels ou particules solides qui sont alors fondus, vaporisés puis atomisés. La flamme air acétylène est la plus répandue et permet de réaliser le dosage de nombreux éléments. Sa température est de 2500°C environ.

Expérimentation :

- Préparation, en phase organique, des solutions étalons (pour l'élément recherché) et mise en solution de l'échantillon à doser.
- Réglage de la flamme puis nébulisation des solutions.
- La concentration de l'élément recherché est déterminée à partir de l'intensité mesurée et du tracé de la courbe d'étalonnage relative à cet élément : Intensité = f(C (ppm)).

L'appareil est utilisé chez ADWAN pour la détermination des éléments métalliques traces dans les sables.

b. Dosage de métaux par ICP-MS dans le sable :

Le plasma à couplage inductif relié à la spectrométrie de masse (Inductively Coupled Plasma - Mass Spectrometry ou ICP-MS) associé à une préparation rapide de l'échantillon permet le dosage de nombreux métaux dans les milieux minéraux. Au cours de l'ICP-MS, un processus d'atomisation de l'analyte a lieu en premier. L'argon ionisé est induit par un courant à très haute fréquence et l'échantillon de l'analyte est chauffé à 5 000 à 10 000 °C. L'échantillon est ensuite atomisé et l'analyte est ensuite chauffé à 5 000 à 10 000 °C. L'échantillon est ensuite chauffé à une température de 10 000 °C, puis à 5 000 °C. Ceci ionise les atomes et crée un plasma. Les ions générés dans ce plasma sont maintenant accélérés dans la direction de l'analyseur par un champ électrique. À ce stade, les éléments individuels et leurs isotopes sont enlevés et mesurés.

L'appareil est utilisé chez ADWAN pour la détermination de la composition chimique des sables et dérivés sableux de l'unité.

La préparation des échantillons pour les analyses ICP et SAA, est comme suit :

Nous prenons un échantillon de 1g du sable à analyser et on le met dans un bêcher dont nous ajoutons 15 ml de l'acide fluorhydrique (HF) et 5 ml de l'acide nitrique concentré (HNO₃), le mélange acide est chauffé jusqu'à l'évaporation complète. Au résidu sec du séchage refroidit, nous ajoutons 5 ml de l'acide chlorhydrique concentré (HCl) et nous chauffons jusqu'à

l'ébullition. Une fois refroidit, on filtre la suspension restante via papier Wattman N°44 dans une fiole de 100 ml. Nous mesurons les concentrations des différents métaux (Al, Fe, Mg, Ca, Ti, Cu) sous forme des oxydes (Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , CaO , TiO_2 , CuO) soit à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption atomique modèle « *Perkin Elmer precisely* » (lecture directe) soit à la torche à plasma ICP/MS.

c. Détermination du taux d'humidité :

Nous prenons un échantillon du sable à analyser et nous le mettons dans un humidimètre modèle «*OHAUS* » à la température ambiante (25°C) ; nous lisons le taux d'humidité directement sur l'humidimètre.

d. Détermination du taux de la matière organique :

Nous prenons un échantillon de 20g du sable à analyser et Nous prenons dans un creuser et nous le séchons dans un four à 120°C pendant 3 heures ; nous notons la masse totale (bêcher + échantillon) (m_1).

Nous mettons le bêcher dans un autoclave à 1000°C pendant 1 heure ; nous notons la masse (m_2). Le taux de matière organique correspond à la perte au feu, est calculé :

$$\% \text{LOI} = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \cdot 100$$

e. Analyse du SiO_2

Nous prenons un échantillon de 1 g du sable à analyser dans un creusé (m_1) dont nous ajoutons 20 ml du HF, le creusé est légèrement chauffé jusqu'à l'évaporation. Nous y ajoutons encore une fois 10 ml du HF au résidu du creusé et nous réchauffant légèrement jusqu'à l'évaporation. Le résidu sec est mis dans un four à 1000°C pendant une heure. Une fois refroidit nous procédons à la pesée des creusé (m_2). Le taux de SiO_2 est calculé comme suit :

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \cdot 100$$

f. Analyse granulométrique :

L'analyse granulométrique permet de détecter et miner la grosseur et les pourcentages pondéraux respectifs des différentes familles de grains constituant le sable. L'essai consiste à classer les différents grains en utilisant une série de tamis, emboîtés les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas. Le sable étudié est placé en partie supérieure des tamis et le classement des grains s'obtient par vibration de la colonne de tamis. L'analyse granulométrique par tamisage est l'ensemble des opérations aboutissant à la séparation selon leur grosseur des éléments constituant l'échantillon, en employant des tamis à maille carrée afin d'obtenir une représentation de la répartition de la masse des particules à l'état sec en fonction de leur dimension. La partie du sable retenu sur un tamis est dite **refus** quant à la partie passant à travers les mailles d'un tamis est nommée **tamisa**. La représentation du pourcentage massique des différents tamisa et/ou refus en fonction de la dimension nominale d'ouverture des tamis est appelée **Courbe granulométrique**.

Le matériau séché, de masse M , est versé sur une série de tamis choisis de telle manière que la progression des ouvertures soit croissante du bas de la colonne vers haut. En partie inférieure, on dispose un tamis de 0,04 mm sur montent un fond étanche afin de récupérer les éléments fins qui passant à travers cette tamis. On considère que le tamisage est terminé lorsque les refus ne varient pas de plus de 1% entre deux séquences de variations de la tamiseuse. Le refus du tamis ayant la plus grande maille est pesé. Soit R_1 la masse de ce refus. Le refus du tamis immédiatement inférieur est pesé. Soit R_2 la masse du refus deuxième refus.

La somme R_1+R_2 représente le refus cumulé sur le deuxième tamis. Cette opération est poursuivie pour tous les tamis pris dans l'ordre des ouvertures décroissantes. Ceci permet de connaître la masse des refus cumulés R_n aux différents niveaux de la colonne de tamis. Le tamisa présent sur le fond de la colonne de tamis



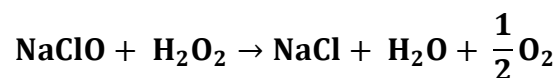
Figure II.5 Batterie de tamisage

est également pesé. Soit P sa masse. La somme de refus cumules mesurés sur les différents tamis et du tamis sur le fond (filets) doit coïncider avec le poids de l'échantillon introduit en tête de colonne. La perte éventuelle de matériaux pendant l'opération de tamisage ne doit pas excéder plus de 2% du poids total de l'échantillon de départ.

II.4. Techniques d'analyses des produits chlorés :

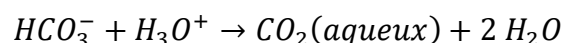
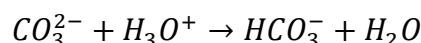
II.4.1. Détermination d'hydroxyde de sodium et carbonate de sodium dans le produit l'hypochlorite de sodium (NaClO) :

Nous prélevons 25 ml d'eau distillée dans un erlenmeyer de 250 ml dont nous y ajoutons 5ml de l'échantillon NaClO puis le peroxyde d'hydrogène H₂O₂ à 6% goutte à goutte dans l'erlenmeyer jusqu'à l'arrêt de la libération d'oxygène.



Nous y ajoutons 4 à 5 gouttes d'indicateur phénolphtaléine et nous titrons la solution avec l'acide chlorhydrique HCl à 0.1N jusqu'au premier point de virage équivalent à la disparition de la couleur rose, puis nous notons le volume V₁.

Une fois le milieu neutralisé, nous y ajoutons 4 à 5 gouttes de solution méthyle orange, et nous continueront le tirage avec HCl à 0.1N jusqu'au second point de virage équivalent à l'apparition de la couleur jaune brunâtre, puis nous notons le volume V₂. Le second titrage permet de neutraliser les carbonates présents selon l'équation suivante :



Le taux de NaOH et Na₂CO₃ présent dans l'hypochlorite de sodium NaClO est calculé comme suit :

$$\% \text{NaOH} = \frac{40 * 0.1 * F * (V_1 - V_2)}{1000 * V_1} * 100 = \frac{0.4 * F * (V_1 - V_2)}{V_1}$$

$$\% \text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{53 * 0.1 * F * 2V_2}{1000 * V} * 100 = \frac{1.6 * F * V_2}{V} = 0.212 V_2$$

II.4.2. Détermination du chlore actif contenu dans le produit hypochlorite de sodium :

Nous prélevons 25ml d'eau distillée dans un erlenmeyer de 250ml dont nous ajoutons avec précision 0,6 g de NaClO dans l'erlenmeyer. Nous ajoutons 10 ml d'iodure de potassium (10%) +10ml d'acide acétique (80%) et agitons quelques secondes doucement. Puis nous titrons l'iode libéré avec 0.1N solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ jusqu'à ce que le mélange devienne jaune paille. A cette solution, nous ajoutons 1ml de solution d'indicateur d'amidon et continuons le titrage jusqu'à ce que la couleur bleu foncé du complexe iode amidon disparaît.

II.5. Résultats des analyses sables de EL ARRYCHA et HASSI MESSAOUD :

Lors de notre séjour au niveau de la société ADWAN, nous avons accompagné la cellule de contrôle de qualité dans la prise des échantillons et nous avons effectué les analyses au niveau du laboratoire de la société.

II.5.1. Analyse chimique :

Les échantillons des sables sont pris des silos de stockage des sables bruts et des sables lavés et séchés. Ces derniers subissent une minéralisation aux acides selon le protocole prescrit auparavant. L'analyse via ICP/MS des échantillons minéralisés a révélé la présence des oxydes regroupés respectivement dans les tableaux II.1 et II.2

Tableau II.1 Analyse chimique des sables bruts de EL'Arricha et Hassi Messaoud

	El Arricha	Hassi Messaoud
SiO₂	98,07	97,81
Fe₂O₃	0,1261	0,2573
Al₂O₃	0,5956	0,7623
MgO	0,0083	0,0113
CaO	0,0621	0,0796
TiO₂	0,3782	0,5838
CuO	0,0024	0,0025
LOI	0,73	0,61

Nous remarquons que les deux variétés de sable sont majoritairement composées de la silice, composant vital à la production des verres. A cette fraction s'ajoute des traces d'une phase de d'alumine, du dioxyde de titane, et du fer

Tableau II.2 Analyse chimique des sables lavés de EL'Arricha et Hassi Messaoud

	El Arricha	Ras Elma
SiO₂	98,77	97,88
Fe₂O₃	0,0820	0,1822
Al₂O₃	0,5248	0,5701
MgO	0,7900	0,0084
CaO	0,7580	0,0480
TiO₂	0,3346	0,2833
CuO	0,0024	0,0026
LOI	0,32	0,41

Nous notons en comparant les deux tableaux II.1 et II.2 que le nettoyage des sables augmente les proportions des oxydes présent dans les sables d'une manière non significative probablement due au lessivage des impuretés.

II.5.2. Analyse granulométrique et taux d'argile :

Les résultats du tamisage des sables brut sont exprimés dans les tableaux II.3 et II.4 respectivement pour les sables de EL ARRICHA et HASSI MESSAOUD. A partir des tableaux, nous pouvons tracer les courbes granulométriques afin de confirmer le type de matériau, sa classe granulaire et sa nature.

Tableau II.3 Analyse granulométrique et taux d'argile du sable brut d'El Arricha

Date	Argile %	Maille des tamis										
		2,000	1,000	0,850	0,600	0,500	0,300	0,212	0,125	0,090	0,040	Pan
1-Apr-21	6.83	2,13	1,27	2,00	4,64	9,49	29,89	31,84	16,69	1,33	0,47	0,26
3-Apr-21	5.88	2,44	1,70	1,58	5,93	12,26	27,30	31,66	14,72	1,61	0,52	0,28
6-Apr-21	6.17	1,64	1,25	1,21	4,94	14,27	26,09	32,26	16,22	1,28	0,59	0,26
7-Apr-21	6.28	1,59	1,14	1,27	2,99	15,51	27,41	31,98	15,95	1,17	0,64	0,35
8-Apr-21	5.98	1,51	0,91	1,48	3,28	15,76	26,20	32,04	16,50	1,41	0,66	0,24
10-Apr-21	4.92	1,34	1,69	1,64	4,10	14,22	25,92	34,13	15,17	0,87	0,64	0,28
14-Apr-21	5.21	1,65	1,31	1,28	5,42	14,59	24,49	33,01	16,26	1,21	0,49	0,30
15-Apr-21	5.12	2,53	1,16	1,21	6,18	15,44	25,59	31,30	15,11	0,88	0,43	0,18
16-Apr-21	5.46	1,89	0,89	1,13	5,01	18,26	24,73	29,89	16,20	1,15	0,59	0,26
17-Apr-21	5.29	1,64	0,99	1,16	6,30	17,38	21,12	29,56	20,07	1,00	0,56	0,21

Les analyses granulométriques du 12 jours différents du sable brut de l'ARRICHA montrent une homogénéité dans la granulométrie du sable ainsi que le pourcentage d'argile dedans, cette dernière varie entre 4 -6 %. Nous avons tracé la courbe de distribution granulométrique du premier et dernier essai.

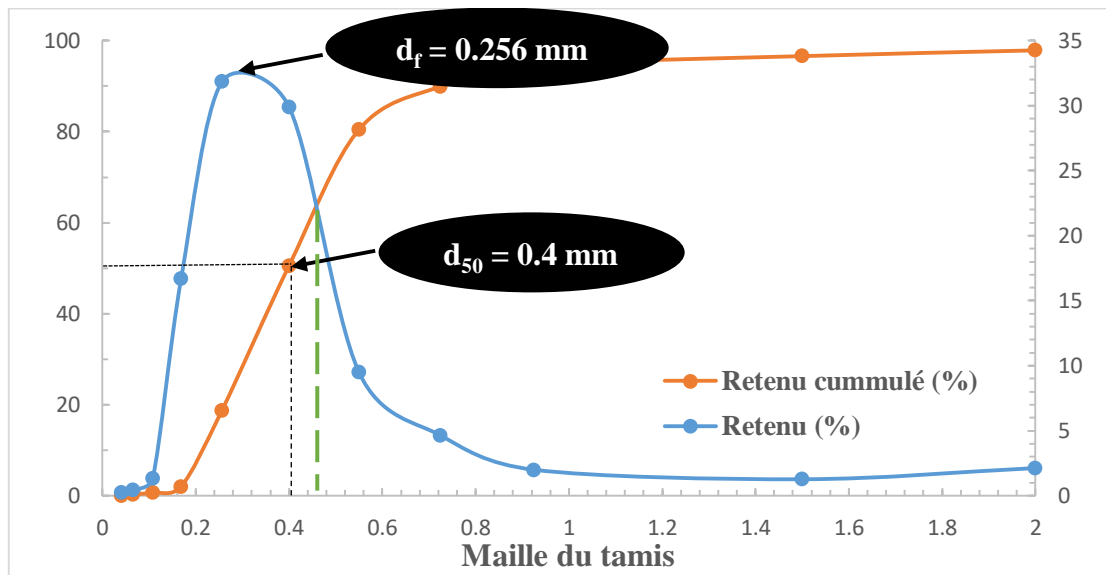


Figure II.6 Distribution granulométrique du sable brut d ELARICHA-1^{er} essai

Nous avons déterminé graphiquement les valeurs du diamètre du grain de sable le plus fréquent d_f et le diamètre médian d_{50} . Quant au diamètre moyen arithmétique :

$$d_a = \sum f_i d_i = 0,397 \text{ mm}$$

La maille de partage correspond à l'intersection deux graphes égalant **0,46 mm**

Pour le dernier essai

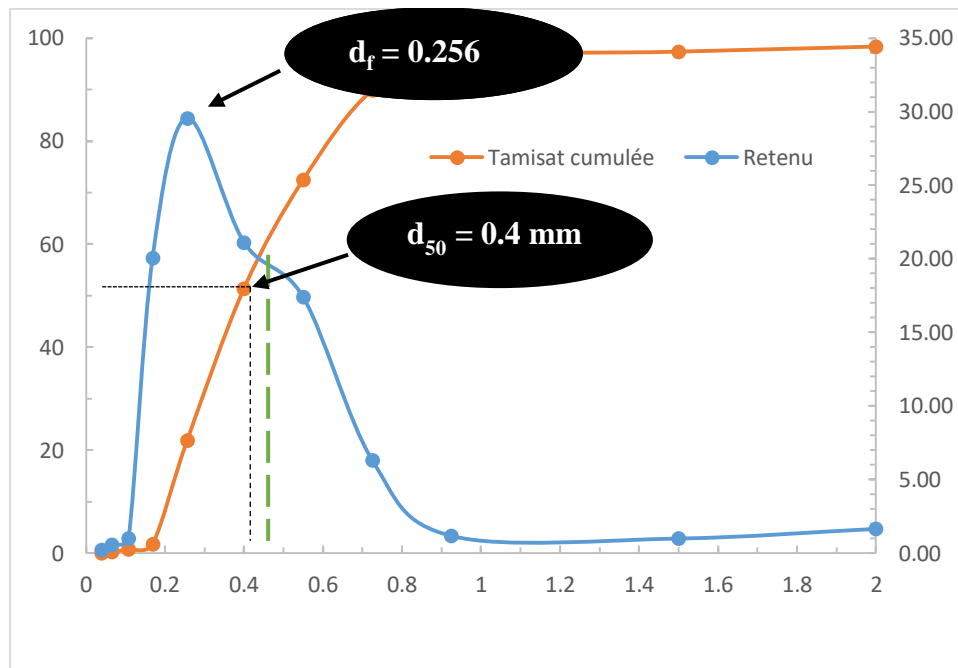


Figure II.7 Distribution granulométrique du sable brut d ELARICHA-2^{eme} essai

Le diamètre moyen arithmétique :

$$d_a = \sum f_i d_i = 0,395 \text{ mm}$$

La maille de partage est égale à **0,43 mm**

Même analyse granulométrique est faite pour le sable de provenance de Hassi Messaou

Tableau II.4 Analyse granulométrique et taux d'argile du sable brut de Hassi Messaoud

Date	Argile %	Maille des tamis										
		5,000	3,550	3,150	2,000	1,000	0,850	0,600	0,500	0,300	0,212	Pan
1-Apr-21	2.65	0,86	0,61	0,70	4,17	44,28	12,88	23,78	7,00	5,48	0,13	0,11
3-Apr-21	2.72	2,04	0,80	0,82	3,87	35,51	12,33	26,45	10,12	7,80	0,12	0,14
6-Apr-21	2.25	1,37	0,83	1,46	2,86	36,22	14,15	28,37	8,00	6,29	0,34	0,10
7-Apr-21	2.42	2,60	1,14	1,74	4,30	32,21	11,64	29,14	7,16	9,48	0,39	0,19
8-Apr-21	2.38	2,19	1,14	1,34	3,37	35,68	13,04	26,24	9,06	7,27	0,59	0,08
10-Apr-21	3.15	1,34	0,78	1,08	4,27	33,74	13,88	28,09	7,49	8,41	0,72	0,21
15-Apr-21	2.48	1,86	0,87	1,37	3,26	34,15	15,59	30,19	7,07	5,29	0,22	0,12
21-Apr-21	2.37	0,77	0,95	1,32	1,97	22,54	16,23	22,41	15,96	13,29	3,84	0,73
26-Apr-21	2.69	1,22	1,16	1,08	3,47	31,48	14,45	27,36	10,34	8,48	0,62	0,34

Nous notons que le sable de Hassi Messaoud contient moins d'argile que celui d'EL Arricha, la fraction est souvent moins que 3%. Nous avons dressé les courbes granulométriques des échantillons du 10 et 21 avril tel qu'elles sont présentées respectivement dans les figures II...et II...

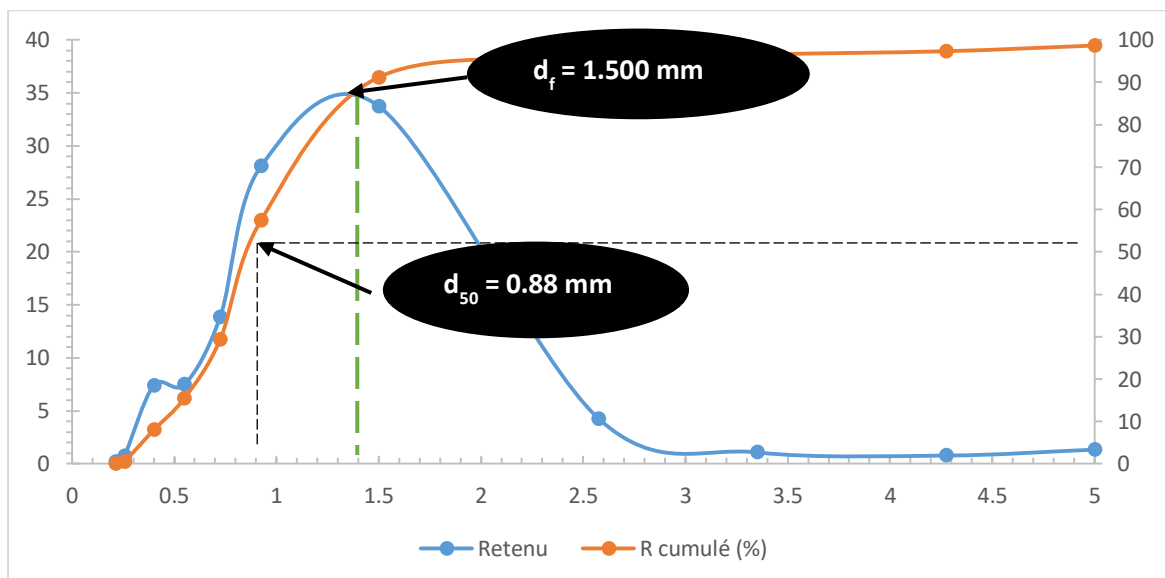


Figure II.8 Distribution granulométrique du sable brut Hassi Messaoud-1^{er} essai

Le diamètre moyen arithmétique :

$$d_a = \sum f_i d_i = 1,185 \text{ mm}$$

La maille de partage est égale à **1,89 mm**

Pour l'essai de 21 avril nous avons obtenu les résultats suivant :

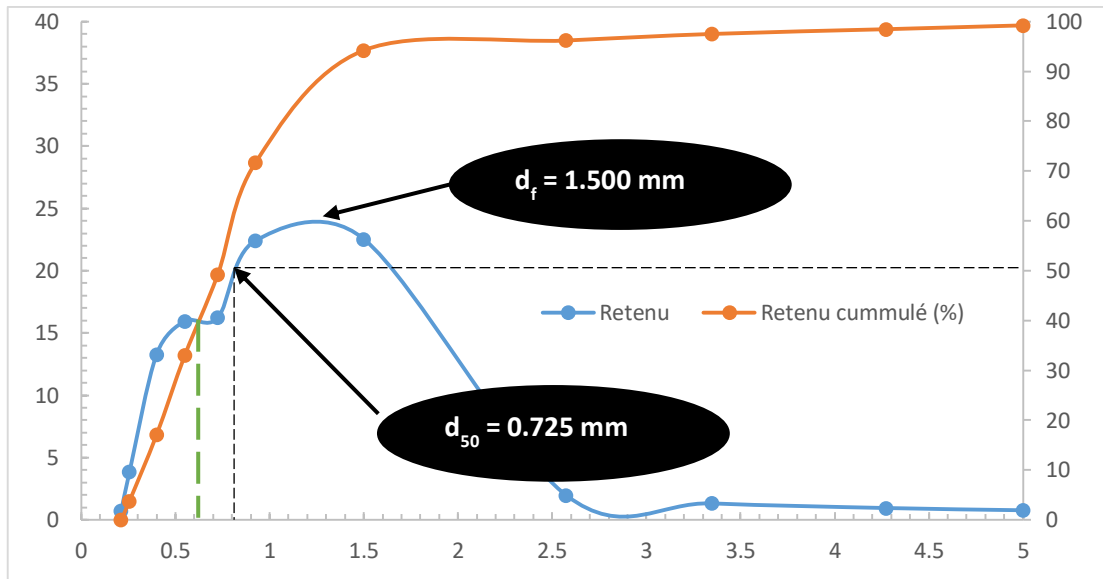


Figure II.9 Distribution granulométrique du sable brut Hassi Messaoud-2^{ème} essai

Le diamètre moyen arithmétique :

$$d_a = \sum f_i d_i = 0,989 \text{ mm}$$

La maille de partage est égale à **0,61 mm**.

Nous notons que le sable de Hassi Messous est moyennement plus granulé que celui d'El Arricha, d'où une partie de ce dernier est utilisée dans la fabrication de farine de silicate quant aux autres fractions ils rejoignent le sable de Hassi Messaoud ver l'ensachage pour la commercialisation.

II.5.3. Analyse d'Hypochlorite de sodium :

Afin d'assurer la conformité de l'eau de javel produite dans l'usine, par rapport aux exigences de normes mondiales, et pour s'assurer son uniformité et sa stabilité de qualité, une série d'analyses est faite au niveau du laboratoire à différentes heures de la journée. Dans le cas de la réception d'un avis de non-conformité, il est impératif d'effectuer d'autres tests.

Pour notre cas, nous avons effectué une série de 3 analyses par jour du pourcentage massique du NaOH dans un volume d'eau de javel, ajouté à celui de carbonate de sodium, le teneur en chlore actif ou le degré de chlorométrie accompagné d'une mesure physique de la densité apparente. Les résultats trouvés comparés aux normes internationales sont regroupés dans le tableau II.4

Tableau II.5 analyse de l'hypochlorite de sodium

	Norme	09/05/2021			10/05/2021			11/05/2021			25/05/2021		
NaOH (w/v%)	0,7<C<1,1	0.40	0.35	0.64	0.48	0.37	0.16	0.48	0.47	0.38	1.35	0.30	0.48
Na ₂ CO ₃ (w/v)	C<0,4	0.26	0.22	0.26	0.29	0.25	0.25	0.25	0.23	0.26	0.26	0.25	0.31
Chlore Actif (w/v)	15<C<16	16.08	16.02	16.96	17.43	16.44	16.54	16.37	16.69	15.66	15.71	16.30	16.65
Densité (Kg/m ³)	1200<C<1215	1232	1230	1240	1237	1227	1236	1232	1229	1225	1130	1235	1237

Les résultats des analyses ont révélé :

- un pourcentage massique de présence de NaOH inférieur à la norme
- un taux de carbonate de sodium largement inférieur à 0,4, la valeur limite exigée.
- Un degré de chloration d'environ 16°
- Une eau de javel un peu plus dense que la normale

En conclusion on peut dire que l'eau de javel produite par l'usine est de qualité normale avec un degré de chloration de 16.

Conclusion générale

Conclusion générale

Le travail en question est un contrôle de qualité des produits sableux et chlorés issu de l'usine ADWANE –Fornaka- Mostaganem.

L'usine ADWAN est subdivisée en deux unités majeures, une pour la commercialisation des silicates et farine de silice dont la matière première est issue des carrières de Hassi Messaoud et El Arricha. La seconde unité est dédiée à la production des hypochlorites de sodium par un procédé d'électrolyse.

Le silicate de sodium entrant dans la fabrication du verre est obtenu selon le processus hydrothermal donnant un produit liquide de propriétés physico-chimiques dépendant de celles du sable utilisé comme une source de silice. Les caractéristiques du sable, représentées par la composition chimique et la granulométrie, influent considérablement sur la quantité du silicate de sodium produite qui se traduit par le degré de conversion de la silice contenue dans le sable en produit silicaté.

La conformité des sables est validée par une analyse ICP-MS dont l'analyse chimique a révélé un taux de 98 % de silicates. L'analyse granulométrique nous a permis d'identifier les plages des diamètres des grains.

Les analyses physico chimique de l'hypochlorite montre une bonne qualité du produit avec un degré de chlorométrie de 16°Ch.

Référence bibliographique

- [1].Manuels opératoires et fiches techniques de la société ADWAN.
- [2].J.N Joffin, B Chevalier : HYPOCHLORITES ET EAUX DE JAVEL unités de concentration, préparation des solutions désinfectantes version Mars 2015.
- [3].Chambre Syndicale Nationale de l'Eau de Javel NEUILLY-SUR-SEINE ; Edition mai 2010.
- [4].DJEDDH Halima Procédé de fabrication d'hypochlorite de sodium et la caractérisation de produit. Rapport de stage licence Université de Bouira. 2018
- [5].ESSELIMANI Abdelhadi. Etude de l'influence physico-chimique de la qualité du sable sur le rendement de la filtration du silicate de sodium (ADWAN, Mostaganem).Mémoire magister Université Mostaganem 2012.