

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

People's Democratic Republic of Algeria

Ministry of Higher Education And Scientific Research
University Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة عبد الحميد بن باديس مستغانم

Faculty of Sciences and Technology
Department of Process Engineering
Ref :...../U.M/F.S.T/2025

كلية العلوم والتكنولوجيا
قسم هندسة الطرائق
رقم :..... / ج.م.ك.ع.ت//2025

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DE MASTER ACADEMIQUE

Filière : **GÉNIE DES PROCÉDÉS**

Option: **GÉNIE DES PROCÉDÉS DES MATÉRIAUX**

THÈME

**Étude du Processus de Traitement du Chlore au niveau de la société
ADWAN CHEMICAL LIMITED**

Présenté par

- 1- BELGHOUL Abdelouadoud
- 2- BELACEL Ismail

Soutenu le 18/06/ 2025 devant le jury composé de :

Président :	BENDENIA Souhila	Pr	Université de Mostaganem
Examineur :	DIB Hanaa	MCA	Université de Mostaganem
Rapporteur :	SEFIR Yamina	MCA	Université de Mostaganem

Année Universitaire 2024/2025

Résumé

Le présent travail est consacré à l'étude du processus de traitement du chlore au sein de la société Adwan Chemical Limited, ainsi qu'à la vérification de la conformité du produit fini aux normes internes de l'entreprise.

L'étude s'est principalement intéressée aux équipements et méthodes analytiques utilisés pour assurer le contrôle qualité du chlore produit. À travers une série d'analyses chimiques et physico-chimiques, nous avons évalué la conformité du chlore en fonction des critères de pureté, de concentration et de présence d'impuretés critiques.

Les résultats obtenus confirment que le produit fabriqué répond globalement aux exigences de qualité fixées par l'entreprise, attestant ainsi de la maîtrise du procédé de traitement et du bon fonctionnement des systèmes de contrôle en place

Mots Clés : Sel, Chlore, Électrolyse, Société Adwan Chemical Limited.

This study focuses on the chlorine treatment process at Adwan Chemical Limited, with particular attention given to the compliance verification of the final product according to the company's internal quality standards.

The work emphasizes the equipment and analytical methods used to carry out the necessary quality control tests on the chlorine produced through electrolysis. Physicochemical analyses were conducted to assess key parameters such as chlorine purity, the presence of impurities (especially sulfate ions), and the performance of the electrolysis membranes.

The results obtained confirm that the final product meets the required specifications, demonstrating effective process control and the efficiency of the quality assurance system implemented within Adwan Chemical Limited.

Keywords: Salt, Chlorine, Electrolysis, Adwan Chemical Limited Company.

يهدف هذا العمل إلى دراسة عملية معالجة الكلور في شركة أدوان للكيمياويات المحدودة، بالإضافة إلى التحقق من مطابقة المنتج النهائي لمعايير الجودة المعتمدة داخل الشركة. ركزت الدراسة على الأجهزة والطرق التحليلية المستخدمة في مراقبة جودة الكلور المنتج بواسطة التحليل الكهربائي. وقد تم وكذلك (SO_4^{2-} وخاصة أيونات الكبريتات) إجراء تحاليل فيزيائية وكيميائية لتقييم نقاوة الكلور، ورصد وجود الشوائب التأكد من كفاءة عمل أغشية التحليل الكهربائي. أظهرت النتائج المحصلة أن المنتج النهائي يطابق المواصفات الفنية المطلوبة، مما يدل على التحكم الجيد في العملية الصناعية وفعالية نظام مراقبة الجودة المطبق في شركة أدوان للكيمياويات.

الكلمات المفتاحية: ملح، كلور، تحليل كهربائي، مطابقة، تحليل



Dédicace

Nous rendons grâce à Dieu, le Très-Haut, de nos avoir accordé la force, la patience et la lucidité nécessaires pour mener à bien ce parcours.

Nous dédions humblement ce travail :

À nos chères mères, dont l'amour inconditionnel, les sacrifices silencieux et la patience exemplaire nous ont soutenus tout au long de ce chemin.

À nos pères bien-aimés, modèle de droiture et de courage, en témoignage de nos profonds respects et de nos sincères reconnaissances.

À nos sœurs et frère, que ce travail soit pour eux le reflet de notre affection et de notre attachement fraternel.

À tous nos amis et nos familles, ainsi qu'à tous ceux que nous aimons et qui m'aiment — merci pour vos présences, vos encouragements et vos fidèles soutiens.





Remerciements

Avant tout, Nous remercions Dieu pour tout le courage et la force qu' il nous a donnée pour faire ce travail.

Merci à toutes nos familles, en particulier à nos parents, et à tous ceux qui nous ont soutenus sans exception, nous les remercions pour leur soutien continu.

Nous remercions à Mme. SEFFIR YAMINA, mon encadrante de mémoire pour sa gentillesse, ces conseils et de nous avoir guidés pas à pas dans notre travail.

A Mme. BENDENIA SOUHILA et Mme. DIB HANAA, trouvent ici l'expression de nos sincères remerciements, pour avoir accepté d'examiner ce mémoire.

Enfin, nous remercions tous nos amis et collègues, ainsi que tous ceux qui nous ont encouragées et soutenus, directement ou indirectement, tout au long de la réalisation de ce travail.

MERCI A TOUS



LISTE DES ABREVIATIONS

ACIC : ADWAN, Chemicals Industries Company

TEMA : Standards of Tubular Exchanger Manufacturers Association (une association professionnelle de constructeurs d'échangeurs)

DEG : Diéthylenglycol

PVC : Polychlorure de vinyle

NaOH : La soude caustique

HCl : Acide chlorhydrique

NaCl : Chlorure de sodium

OH⁻ : Ion d'hydroxyde

Cl₂ : Chlore liquide

H₂ : Hydrogène

FeCl₃ : Chlorure ferrique

H₂SO₄ : L'acide sulfurique

LISTE DES FIGURES**CHAPITRE I**

Figure I.1: ADWAN Chemicals Industries Company (ACIC), Algeria.	3
Figure I.2: Situation géographique du complexe ADWAN Chemicals Cie Algérie SPA.	4
Figure I.3: Organigramme de l'entreprise ADWAN Chemicals.	5
Figure I.4: Présentation géographique des unités d'activités [6].	8
Figure I.5: Industrie de production de sable et dérivés	9
Figure I.6: Unité de traitement du sable industriel : (a) Lavage de sable, (b) Séchage de sable.	10
Figure I.7: Farine de silice.	11
Figure I.8: Unité de production de silicate de sodium.	11
Figure I.9: Usine de production de chlore et dérivés.	13
Figure I.10: Laboratoire d'analyse de sable.	14
Figure I.11: Laboratoire d'analyse de chlore et dérivées.	14

CHAPITRE II

Figure II.1: Structure chimique du chlore.	15
Figure II.2: Diagramme de phases du chlore [10].	17
Figure II.3: Usages du chlore [3].	19
Figure II.4: Étapes de fabrication du chlore.	21
Figure II.5: Sel brut (NaCl).	22
Figure II.6: (a) tapis, (b) Saturateur.	22
Figure II.7: Schéma de manipulation du sel et saturation de la saumure.	23
Figure II.8: (a) Réacteur T102, (b) Produits chimiques.	24
Figure II.9: Schéma de traitement de la saumure.	24
Figure II.10: Décanteur (T108).	25
Figure II.11: Bac de stockage T-110 avec deux pompes P-110A et P-110B.	25

Figure II.12: La filtration :(a) les deux filtres F-111A et F-111B, (b) L'entrée de cellulose,	26
Figure II.13: Schéma de filtration de la saumure.	26
Figure II.14: Étapes de filtration de la saumure : (a) Formation de precoat, (b) Formation de gâteau de filtration, (c) Enlèvement de gâteau de filtre.....	27
Figure II.15: Unité de dé ionisation de la saumure.	27
Figure II.16: Les colonnes V115 A, B, C.....	28
Figure II.17: Electrolyseur de chlorure.....	29
Figure II.18: Schéma d'électrolyse à membrane	29
Figure II.19: Schéma du processus d'électrolyse de la saumure.	30
Figure II.20: Electrolyse à membrane	32
Figure II.21: (a) Sécheur C-161 et C-162 ; (b) Échangeur de chaleur HE-161.....	33
Figure II.22: Schéma du processus de refroidissement et séchage du chlore gazeux.	34
Figure II.23: (a) Compresseur à anneau liquide; (b) Séparateur D-161; (c) Séparateur XD-161. ...	35
Figure II.24: Schéma de compression du chlore.	36
Figure II.25: Echangeur de chaleur tubulaire à calendre HE-162.	37
Figure II.26: Schéma de principe de liquéfaction du chlore	38
Figure II.27: Réservoirs de stockage.	38
Figure II.28: Les bouteilles de chlore liquides	39
CHAPITRE III	
Figure III.1: Appareil mesure humidité.....	42
Figure III.2: Filtration de la saumure	42
Figure III.3: a-S10 autosampler b:plasma generator c:optical optima.....	50
Figure III.4: Quality control standard	50

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE. III

Tableau III.1.Norme idéal de Nacl	41
Tableau III.2: Comparé résultat d'un échantillon Nacl avec normes idéal	46
Tableau III.3: L'échantillon de Nacl qui conforme avec les normes.....	48
Tableau III.4: Compare résultats ICP par les norme.....	51
Tableau III.5: Observation de Résultats.....	52
Tableau III.6: Résultats de chlore liquide	52

SOMMAIRE

RESUME

LISTE DES ABREVIATIONS

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE 1

I. CHAPITRE I : PRESENTATION DE L'ENTREPRISE

I.1. INTRODUCTION : 3

I.2. SITUATION GEOGRAPHIQUE 4

I.3. STRUCTURE ORGANISATIONNELLE DE L'ENTREPRISE..... 4

I.4. UTILITES DES DIRECTIONS 6

I.4.1. DIRECTION GENERALE : 6

I.4.2. DIRECTION DES PROJETS : 6

I.4.3. DIRECTION DES VENTES : 6

I.4.4. DIRECTION D'APPROVISIONNEMENT : 6

I.4.5. DIRECTION D'ADMINISTRATION ET FINANCES : 7

I.4.6. DIRECTION TECHNIQUE : 7

I.4.7. DIRECTION TECHNIQUE : 8

I.5. ACTIVITES DU COMPLEXE 8

I.5.1. INDUSTRIE DE SABLE 9

I.5.2. INDUSTRIE DE CHLORE ET DERIVES 12

I.6. LABORATOIRE CONTROLE DE QUALITE 13

I.7. CONCLUSION	15
II. CHAPITRE II : PROCESSUS DE FABRICATION DU CHLORE	
II.1. INTRODUCTION	15
II.2. DEFINITION	15
II.3. PROPRIETES DU CHLORE	16
II.4. PRINCIPAUX USAGES DU CHLORE	18
II.4.1. ENVIRONNEMENT	18
II.4.2. PATES ET PAPIERS	18
II.4.3. INDUSTRIE CHIMIQUE	18
II.4.4. INDUSTRIE DES METAUX	18
II.4.5. ÉLECTRONIQUE	19
II.5. PROCEDES DE FBRICATION DU CHLORE	19
II.5.1. PRODUCTION DU CHLORE	19
II.5.2. ÉTAPES DE PRODUCTION DU CHLORE	20
II.5.3. OBTENTION DU CHLORE	31
II.5.4. REFROIDISSEMENT ET SECHAGE CHLORE	32
II.5.5. COMPRESSION ET LIQUEFACTION DU CHLORE	35
II.5.6. STOCKAGE ET REMPLISSAGE DU CHLORE LIQUIDE.....	38
II.6. CONCLUSION	39
III. CHAPITRE III : PARTIE PRATIQUE	
III.1. INTRODUCTION	41
III.2. ANALYSES EFFECTUEES AU NIVEAU DU LABORATOIRE	41
III.2.1. L'ANALYSE DE SEL GEMME BRUTE :	41

III.2.2. L'ANALYSE DE LA SAUMURE :	49
III.2.3. RESULTAT ET DISCUSSION DE CHLORE LIQUIDE :	52
CONCLUSION GENERALE.....	54
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	55

INTRODUCTION GENERAL

INTRODUCTION GENERALE

Le secteur de l'industrie chimique se concentre sur la production de produits chimiques primaires, intermédiaires et finis par le biais d'une synthèse chimique maîtrisée, incluant l'industrie du chlore [1].

En effet, Adwan Chemical Company est une entreprise associée à l'industrie chimique de premier plan en Algérie spécialisée dans la production de chlore et d'autres produits chimiques de base utilisés dans diverses industries [2].

Le chlore est l'agent oxydant et bactéricide le plus universel [3], est connu depuis l'Antiquité, mais découvert il y a à peine deux siècles, le chlore est un élément essentiel de notre vie quotidienne. Sous forme de sel NaCl en grande quantité dans l'océan, il est facilement électrolysable ce qui permet d'en obtenir une forme très pure : le dichlore gazeux. De nombreux composés chlorés aux multiples applications sont alors synthétisables : désinfectants, gaz de combat, anesthésiants, agents pour la chimiothérapie etc. Ces utilisations plus ou moins récentes, exploitent les propriétés physico-chimiques du chlore, qu'il partage avec les autres halogènes. Sa place particulière dans le tableau périodique et sa grande disponibilité fait toute fois du chlore un élément qui se démarque et indispensable au chimiste [4].

Le chlore est de loin le plus abondant dans la nature et aussi le plus facile à produire et à utiliser, cela explique son rôle prédominant et irremplaçable dans l'industrie chimique, dans tous les secteurs industriels et dans notre vie quotidienne [5]. Cependant, les accidents liés au chlore ont fait beaucoup de victimes humaines au cours des dernières décennies. De plus, le taux de chlore était élevé chez les victimes 30,9 % après le monoxyde de carbone, qui était de 41,7 % chez les victimes. Ainsi, faire des conceptions ou des modifications intrinsèquement plus sûres pour les industries de traitement du chlore est d'un grand intérêt [6,7].

Quarante millions de tonnes de chlore ont été produites dans le monde en 1995, plus de 85% de tous les produits pharmaceutiques et plus de la moitié des produits commercialisés par l'industrie chimique sont des dérivés de la chimie du chlore. 1500 de ces produits ont été répertoriés : ils sont utilisés dans tous les secteurs industriels et économiques tels que la santé, l'agroalimentaire, le bâtiment, les textiles, les transports, les loisirs, les cosmétiques, etc., comme l'une des matières premières les plus abondantes et les plus faciles à collecter et à traiter sur terre, le chlorure de sodium est l'un des plus importants sur les plans technique et socioéconomique [8].

Le chlore liquéfié est un gaz toxique et corrosif qui peut causer des brûlures chimiques graves

s'il entre en contact avec la peau, les yeux ou les voies respiratoires. Il peut également réagir violemment avec d'autres produits chimiques, tels que les hydrocarbures, les solvants et les métaux, ce qui peut entraîner des incendies, des explosions ou des émanations de gaz toxiques.

En raison de sa dangerosité, le chlore liquéfié doit être manipulé avec une grande prudence et stocké dans des conteneurs spéciaux conçus pour résister à la pression et à la corrosion [9] .

L'objectif de notre travail consiste à étudier le processus de traitement du chlore au niveau de la société ADWAN CHEMICAL LIMITED et analyser la qualité du chlore liquide.

Ce mémoire débute par une introduction générale suivie par trois chapitres :

Le premier chapitre comprend une présentation du complexe ADWAN CHEMICALS COMPANY ALGERIA tout en définissant ses différentes unités.

Le deuxième chapitre détermine l'historique du chlore fabriqué dans le complexe, ses propriétés et ses utilisations. Ensuite, le procédé de fabrication sera détaillé.

Le troisième chapitre est consacré à l'analyse de la qualité du chlore liquide.

Finalement, nous terminons notre travail par une conclusion dans laquelle les résultats trouvés sont récapitulés.

CHAPITRE I

PRESENTATION DE

L'ENTREPRISE ADWAN

CHEMICAL

I. CHAPITRE I : PRESENTATION DE L'ENTREPRISE

I.1. INTRODUCTION :

ADWAN Chemicals industries company (ACIC) (figure I.1) est une société privée saoudienne fondée en 2004 mais de droit algérien. La société se spécialise dans la fabrication des produits chimiques à base de silice et d'autres produits chimiques inorganiques. (ACIC) crée plusieurs usines de fabrication en Afrique du nord. Les produits (ACIC) sont vendus à 1225 clients dans plus de 330 pays et desservant plus de 40 applications. L'entreprise est certifiée ISO 9001-2008 qui travaille avec des entreprises internationales.

L'organisation du contrôle est bien équipée avec des instruments de mesure et d'analyse modernes. Après la continuation de l'analyse chimique et physique pendant la production des produits chimiques il faut assurer la stabilité des spécifications. Cela se reflète dans la clientèle exigeante de l'entreprise.

L'existence d'une société d'une telle envergure contribue activement au développement économique de la région. La vocation principale de l'entreprise est de garantir aux clients locaux et étrangers une gamme de produits de haute qualité [2].



Figure I.1: ADWAN Chemicals Industries Company (ACIC), Algeria.

I.2. SITUATION GEOGRAPHIQUE

D'une superficie de 70 000 m², le complexe ADWAN chemicals Cie Algérie SPA est situé à l'OUEST Algérien dans la zone industrielle N°02 et 03 de la commune de Farnaka, wilaya de Mostaganem. Elle offre 200 postes d'emploi (figure I.2).



Figure I.2: Situation géographique du complexe ADWAN Chemicals Cie Algérie SPA.

I.3. STRUCTURE ORGANISATIONNELLE DE L'ENTREPRISE

L'organisation de l'entreprise ADWAN chemicals est conçue à partir d'une coordination complète entre les différentes unités de la société dans le but d'obtenir une utilisation rentable des moyens fournis.

Le fonctionnement de la société est géré suivant un organigramme, décrit sur la figure (I.3) est composé d'un Conseil d'administration et une direction exécutive situés en Arabie Saoudite et d'une direction générale située en Algérie supervisant cinq sous-directions.

Chaque direction assure le suivi continu des activités de plusieurs départements pour répondre convenablement aux exigences clientèles [2].

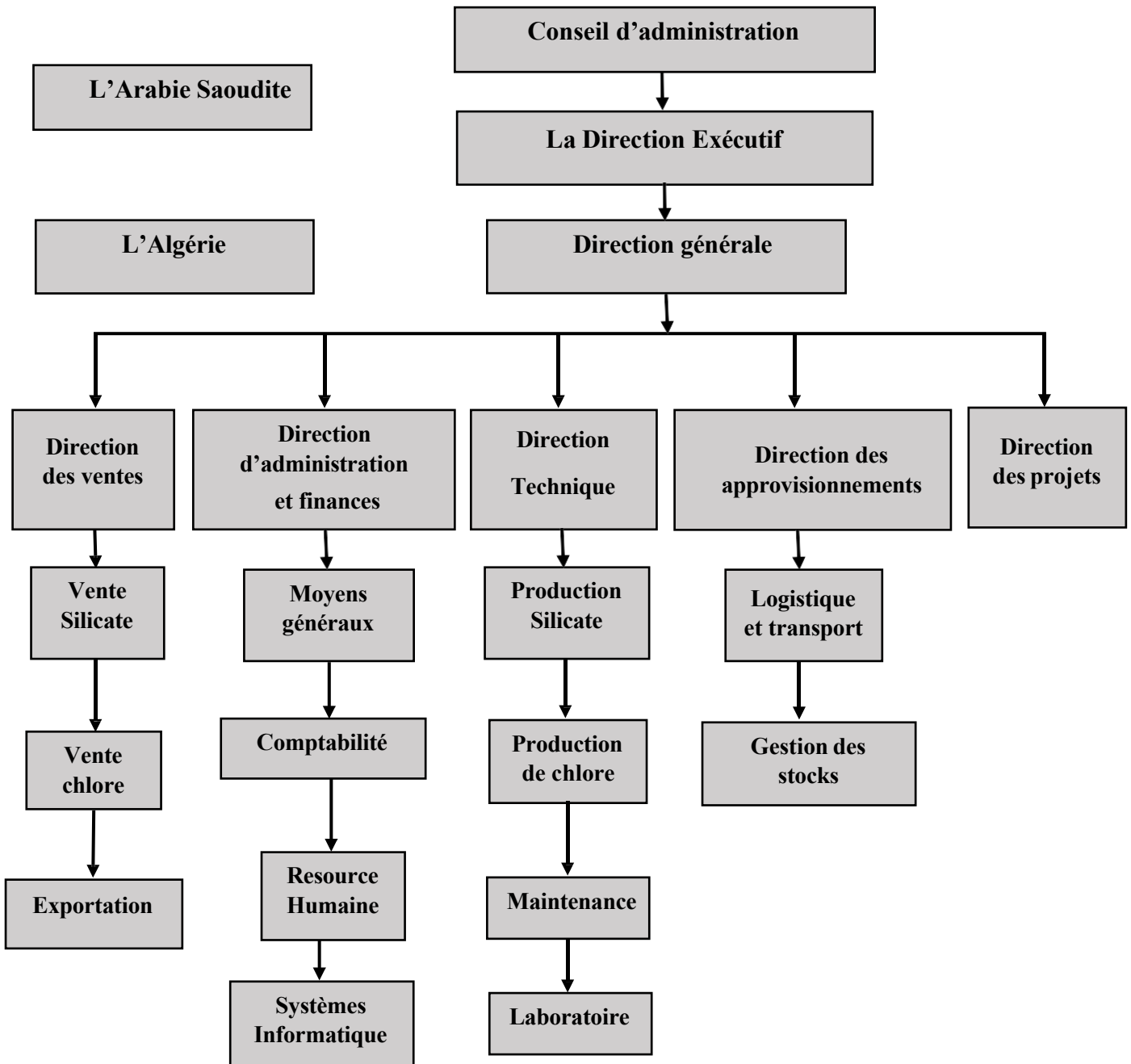


Figure I.3: Organigramme de l'entreprise ADWAN Chemicals.

I.4. UTILITES DES DIRECTIONS

I.4.1. DIRECTION GENERALE :

C'est le responsable direct de la gestion quotidienne de l'unité. Elle dirige toutes les activités des départements et divisions de l'unité tout en ayant l'accès aux différentes informations nécessaires à la gestion afin de prendre des décisions de signer tous les documents.

I.4.2. DIRECTION DES PROJETS :

Elle s'occupe des études et du suivi des nouveaux projets de l'entreprise et leur réalisation.

I.4.3. DIRECTION DES VENTES :

Elle est responsable du marketing, du contrôle des ventes, de l'orientation de la production de l'entreprise selon les désirs des clients et l'étude de marché et la prospection des nouveaux marchés. De plus, elle est chargée du suivi et l'analyse de l'évolution des ventes afin de répondre aux exigences du marché en termes de qualité et quantité.

Elle supervise les départements suivants :

- Le département de la vente chlore dont le rôle consiste à faire des études de marché pour orienter la direction, la production et la vente du chlore.
- Le département de la vente silicate.
- Le département de l'exportation qui effectue la prospection des nouveaux marchés et s'occupe des signatures des contrats de vente avec des entreprises à l'extérieur de l'Algérie.

I.4.4. DIRECTION D'APPROVISIONNEMENT :

Elle supervise les départements suivants :

- Le département de la logistique et transport qui est responsable de fournir tous les moyens de transport et la machinerie lourde tels que les grues et les tracteurs ; tout en respectant les délais spécifiés.
- Le département de la gestion de stocks qui est fait tous les achats d'équipements, pièces détachées et matières premières lorsqu'un de ces achats est nécessaire.

I.4.5. DIRECTION D'ADMINISTRATION ET FINANCES :

Elle dirige les départements suivants :

- Le département des ressources humaine qui s'occupe de divers plans de gestion des ressources humaines et du poursuit de la carrière professionnelle des travailleurs en formation et amélioration de la main-d'œuvre dans l'institution.
- Le département des systèmes informatiques qui et surveille le système d'information de l'entreprise et contrôle toutes les opérations liées aux médias automatisés et la préparation des programme internes de chaque direction.
- Le département de comptabilité qui enregistre toutes les opérations comptables possibles.
- Le département des moyens généraux qui s'occupe de :
 - La disponibilité des outils bureautiques et Les opérations bancaires.
 - La prise en charge de paiement des différentes factures, du transport des travailleurs et des journées de formation, des stages à l'étrange, et mission de travail.
 - Viser à atteindre des normes de qualité pour les produits fabriqués selon des normes de qualités internationalement reconnues, ce qui a permis à l'entreprise d'obtenir la certification ISO.

I.4.6. DIRECTION TECHNIQUE :

Elle gère les départements suivants :

- Le département de la production du chlore et ses dérivés comme la soude caustique et l'hydrogène qui sont deux autres produits de base de l'industrie chimique.
- Le département de la production du sable et ses dérivés.
- Le département de la maintenance qui effectue la maintenance des défauts et la maintenance périodique.
- Le Département de laboratoire qui s'occupe de la réalisation des analyses quotidiennes des produits chimique utilisés ou fabriqués.

I.4.7. DIRECTION TECHNIQUE :

Elle gère les départements suivants :

- Le département de la production du chlore et ses dérivés comme la soude caustique et l'hydrogène qui sont deux autres produits de base de l'industrie chimique.
- Le département de la production du sable et ses dérivés.
- Le département de la maintenance qui effectue la maintenance des défauts et la maintenance périodique.
- Le Département de laboratoire qui s'occupe de la réalisation des analyses quotidiennes des produits chimique utilisés ou fabriqués.

I.5. ACTIVITES DU COMPLEXE

L'entreprise Adwan assure deux industries chimiques : industrie de production de sable et dérivés et usine de production de chlore et dérivés comme la soude caustique et l'hydrogène (figure I.4).



Figure I.4:Présentation géographique des unités d'activités .



Figure I.5: Industrie de production de sable et dérivés

I.5.1. INDUSTRIE DE SABLE

L'usine de production de sable industriel et dérivés (figure I.5) produit depuis sa conception, en février 2008, 300 000 T/an de sable traité, 45 000 T/an de farine de Silice et 45 000T/an de Silicate de Sodium..

Le sable industriel est utilisé pour la Fonderie, la construction chimique, le traitement des eaux et la production du verre, du PIPE GRP et de céramique. Son traitement consiste d'abord à laver et à trier le sable brut (figure I.6.a), puis à sécher le sable humide dans un four rotatif (figure I.6.b), enfin à tamiser le sable séché pour le séparer en fragments selon la granulométrie demandée par les clients.



Figure I.6: Unité de traitement du sable industriel : (a) Lavage de sable, (b) Séchage de sable.

Dans le cas de la farine de silice (figure I.7), elle entre dans la production de céramique et de fibres abrasifs ainsi que le domaine gazoil. Cette substance est fournie par l'entreprise avec une grande pureté et de différentes dimensions de particules allant de 8 à 100 microns et elle est délivrées dans des emballages variés.



Figure I.7: Farine de silice.



Figure I.8: Unité de production de silicate de Sodium.

Quant au silicate de sodium, celui-ci est produit à partir de la silice du sable lessivés sous une pression donnée, ensuite, une solution de soude caustique concentré est ajoutée pour son usage dans la fonderie, la production de céramique et le domaine de détergence (figure I.8).

I.5.2. INDUSTRIE DE CHLORE ET DERIVES

Cette usine a été mise en œuvre en décembre 2012 (Figure I.9). Elle produit le chlore liquide, la soude caustique, l'hypochlorite de sodium, l'acide chlorhydrique et le chlorure ferrique pour leurs applications dans le traitement des eaux, le domaine gasoil et la production des détergents.

Le chlorure d'hydrogène est produit par synthèse directe entre le dichlore et le dihydrogène réalisée par combustion du dichlore avec le dihydrogène en excès, à température de 5000°C par la réaction (I.1) [7].



La capacité de conception de l'industrie est de : 22300 T/an pour l'acide chlorhydrique, 24 000 T/an pour la soude caustique, 42 000T/an pour d'hypochlorite de sodium et 35 600T/an pour le chlore liquide.

L'hydroxyde de sodium NaOH est obtenu via l'électrolyse d'une solution de chlorure de sodium NaCl.[8], alors que les solutions d'hypochlorite de sodium sont élaborées à partir du barbotage de chlore gazeux dans de la soude caustique diluée.

Le chlore liquide est fabriqué en ajoutant le chlore gazeux (97%) obtenu par l'électrolyse de la saumure sur l'acide sulfurique H₂SO₄ qui permet d'absorber l'eau du chlore, ensuite il est compressé et refroidi à l'aide d'un échangeur de chaleur. Par ailleurs, Le chlore et la soude sont obtenus par électrolyse de la saumure (NaCl). Quant au chlorure ferrique, il est traité à partir d'une réaction de fer avec le chlore en présence de l'eau réactions (I.2) et (I.3) :





Figure I.9: Usine de production de chlore et dérivés.

I.6. LABORATOIRE CONTROLE DE QUALITE

D'une superficie étendue à 174 m², le laboratoire contrôle de qualité est formé de deux laboratoires ; laboratoire d'analyse de sable (figure I.10) et laboratoire d'analyse de chlore et dérivées (Figure I.11).



Figure I.10: Laboratoire d'analyse de sable.



Figure I.11: Laboratoire d'analyse de chlore et dérivées.

Le laboratoire constitue le garant de la qualité des produits auprès des clients grâce aux études de formulation aux analyses physicochimiques établies par une équipe diplômée avec de hautes qualités étant le représentant technique auprès des clients. En effet, Le personnel du laboratoire gère d'innombrables et importantes fonctions à savoir :

- Sélectionner des matières premières telles que le sel, le sable brut et la soude caustique écaillée.
- Participer à l'agrément de nouvelles gammes de produits.
- Échantillonner et analyser les matières premières et les produits fabriqués dans l'entreprise dans le but de confirmer leur conformité par rapport aux normes et aux exigences des clients.
- Contrôler les produits lors du processus de leur fabrication pour assurer l'uniformité, la stabilité et l'évolution de la qualité.
- Délivrer des certificats d'analyse afin d'accompagner la marchandise transmise au client.
- Sélectionner des matières premières telles que le sel, le sable brut et la soude caustique écaillée.
- Participer à l'agrément de nouvelles gammes de produits.
- Échantillonner et analyser les matières premières et les produits fabriqués dans l'entreprise dans le but de confirmer leur conformité par rapport aux normes et aux exigences des clients.
- Contrôler les produits lors du processus de leur fabrication pour assurer l'uniformité, la stabilité et l'évolution de la qualité.
- Délivrer des certificats d'analyse afin d'accompagner la marchandise transmise au client.

I.7. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons évoqué une présentation de la société ADWAN, Chemicals Industries Company (ACIC) et son rôle dans la fabrication des produits chimiques commerciaux. Ensuite, nous avons démontré ses différentes activités.

CHAPITRE II

PROCESSUS DE

FABRICATION DU CHLORE

II. CHAPITRE II : PROCESSUS DE FABRICATION DU CHLORE

II.1.INTRODUCTION :

Le présent chapitre présente un historique sur le chlore qui sera suivi par ses propriétés qui le caractérisent. Par la suite, les différentes applications du chlore seront abordées et au final, le processus de production de ce composé sera détaillé tout en illustrant les lieux de chaque étape du processus.

II.2.DEFINITION :

De nombreuses activités quotidiennes ne peuvent être élaborées qu'en présence d'une substance fondamentale qui est le chlore.

Le mot chlore vient du grec khlôros signifiant « vert pâle ». Il fut découvert en 1774 par le chercheur chimiste suédois Karl Wilhelm Scheele en faisant réagir de l'acide chloridrique avec du dioxyde de manganèse. En 1809-1810, Humphry Davy confirma que c'était un gaz simple et lui attribua le nom de chlore comme étant un élément chimique bien spécifique [10-12].

Le chlore, gaz verdâtre plus lourd que l'air, est un composé chimique le plus commun de la famille des halogènes, de symbole Cl et numéro atomique 17. Il se présente à l'état pur sous la forme de la molécule de di chlore Cl₂ (figure II.1) [14,18].

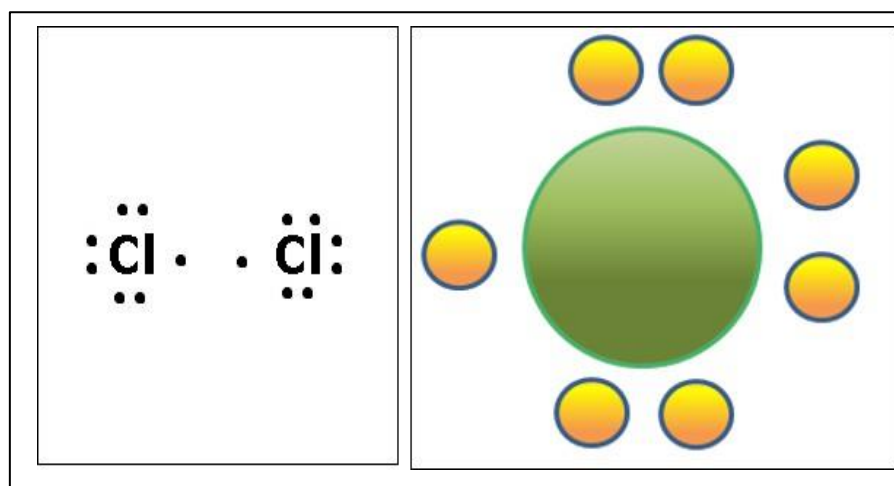


Figure II.1: Structure chimique du chlore.

D'un état suffocant, très désagréable, extrêmement toxique et trop réactif pour exister à l'état libre, le chlore a été utilisé comme gaz de combat lors de la première guerre mondiale au début du XXe siècle. Cet élément chimique est une matière première quasiment inépuisable provenant du sel [17]. Il est particulièrement le plus abondant dans l'écorce terrestre, principalement dans les mines, les mers et les océans qui en représentent une source presque intarissable. Il s'agit également d'une substance importante des organismes vivants, tels que le sérum sanguin autour de 7 grammes de chlorure de sodium par litre [1].

Le chlore est fabriqué sur 650 sites de production, disséminés dans quelque 85 pays à travers le monde. Près de 70% de la production se trouvent concentrés dans les trois régions du globe les plus dynamiques sur le plan industriel : l'Asie, l'Amérique du Nord et l'Europe occidentale [12].

II.3. PROPRIETES DU CHLORE :

L'élément chlore, gaz verdâtre ininflammable Possédant sept électrons périphériques, sa position dans la septième colonne du tableau périodique de Mendeleïev lui confère des propriétés physico-chimiques assez particulières. Sa masse molaire est 71.91 g/mol, sa densité est 2,49, sa pression de vapeur à 20 °C est 6,5 bar et ses températures de changement d'état sont pour l'ébullition $T_{eb} = -34^{\circ}\text{C}$ et pour la fusion $T_{fusion} = -101^{\circ}\text{C}$.

Il est peu soluble dans l'eau, mais bien plus dans le benzène. Il se liquéfie facilement, soit par refroidissement au-dessous de -35°C , soit par compression sous 7 à 10 bars (figure II.2). Le chlore gazeux se transporte habituellement à l'état liquide dans des cylindres d'acier sous pression [15].

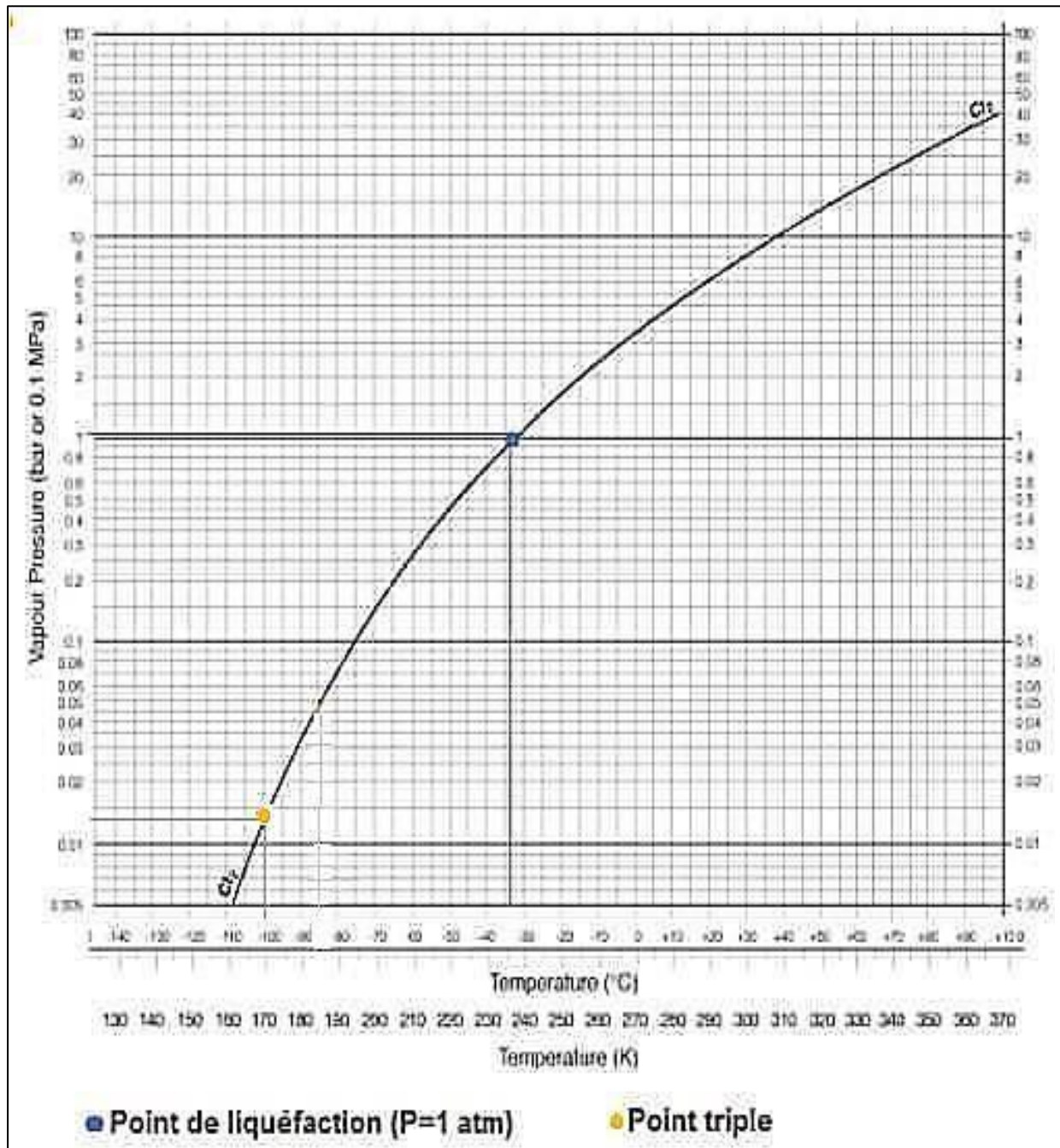


Figure II.2: Diagramme de phases du Chlore [10].

II.4. PRINCIPAUX USAGES DU CHLORE

Bien que le chlore suscite un composé toxique, il est pourtant très signifiant. En effet, il est impliqué dans différentes fonctions de l'organisme en particulier l'équilibre acido-basique du sang. Il est aussi présent dans de nombreux objets et applications courants comme illustré sur la figure II.3 [10-15,18] :

II.4.1. ENVIRONNEMENT

Étant un composant de l'eau de Javel, le chlore contribue comme biocide dans les désinfectants, la purification des eaux potables et le traitement des eaux de piscine.

II.4.2. PATES ET PAPIERS

En qualité d'un produit décolorant, le chlore intervient dans les procédés de blanchiment industriel du papier en employant du dioxyde de chlore combiné avec du peroxyde d'hydrogène.

II.4.3. INDUSTRIE CHIMIQUE

Le chlore est également introduit dans une variété de produits tels que les produits pétroliers, les antiseptiques, les peintures, les colorants, les insecticides, les médicaments,...etc.

Il est polyvalent et massivement utilisé en chimie organique dans la formule du PVC (polychlorure de vinyle, ou PCV en français) et donne diverses propriétés aux composés organiques par substitution.

Le principal dérivé du chlore est le sel de table dont le chlorure de sodium NaCl qui occupe un peu moins de 2% de la surface des océans.

En géomorphologie et paléosismologie, L'isotope ^{36}Cl , radioactif, est utilisé pour la datation par isotopes cosmogéniques de surfaces ou la détermination de taux d'érosion [19].

II.4.4. INDUSTRIE DES METAUX

En chimie minérale, le chlore est très fortement utilisé dans la production de l'oxyde de titane par le procédé au rutile. Le chlore est aussi employé dans la purification de l'aluminium.

II.4.5. ÉLECTRONIQUE

Introduit dans la fabrication de semi-conducteurs pour graver par plasma l'aluminium et d'autres couches métalliques [12, 17,20].

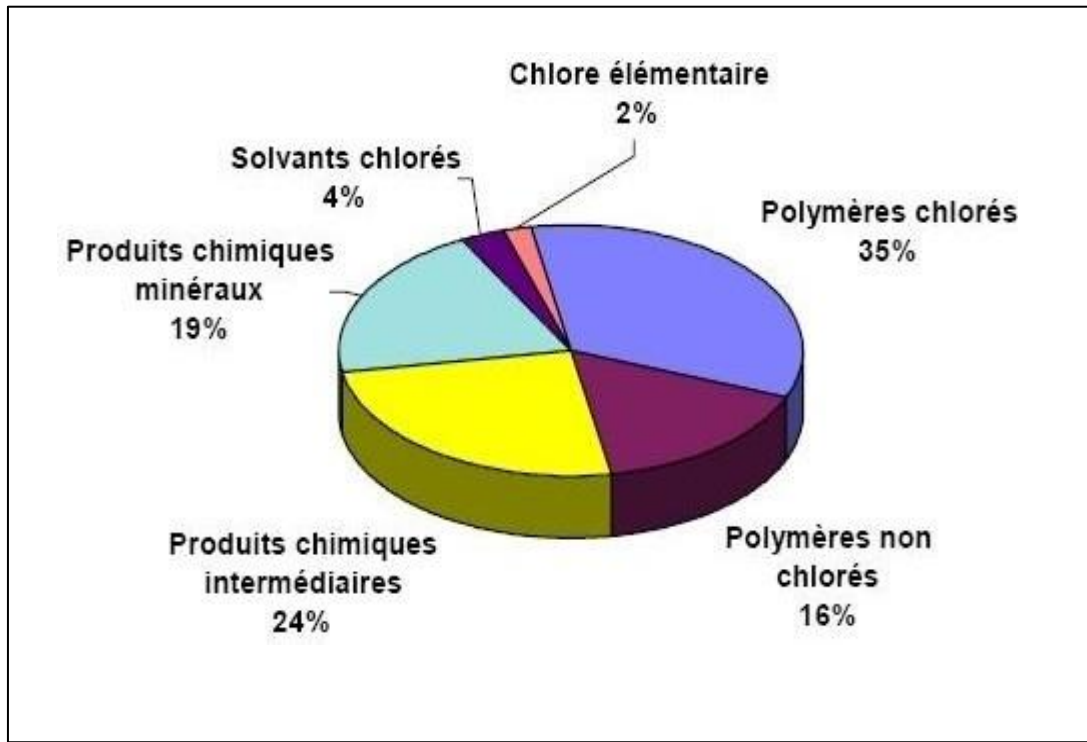


Figure II.3: Usages du Chlore [3].

II.5. PROCÉDES DE FABRICATION DU CHLORE

II.5.1. PRODUCTION DU CHLORE

Le dichlore est un produit synthétique préparé par l'industrie chimique essentiellement par oxydation électrochimique d'ions chlorure. Il est principalement préparé via électrolyse de saumure purifiée et concentrée, une solution de chlorure de sodium (du sel de cuisine – NaCl dans de l'eau). Outre du chlore récupéré sous forme gazeuse, l'électrolyse produit de la soude caustique (ou lessive de soude - NaOH) et de l'hydrogène (H₂) [10, 12, 15,17].



La production et la manipulation du chlore sont soumises à des réglementations sévères et à des procédures rigoureuses. L'industrie chimique contrôle ces opérations et réduit au minimum les risques associés, dans le cadre de sa politique d'amélioration continue.

II.5.2. ÉTAPES DE PRODUCTION DU CHLORE

La fabrication du chlore s'établie au niveau du complexe ADWAN à partir du procédé suivant comme illustré sur la figure II.4 :

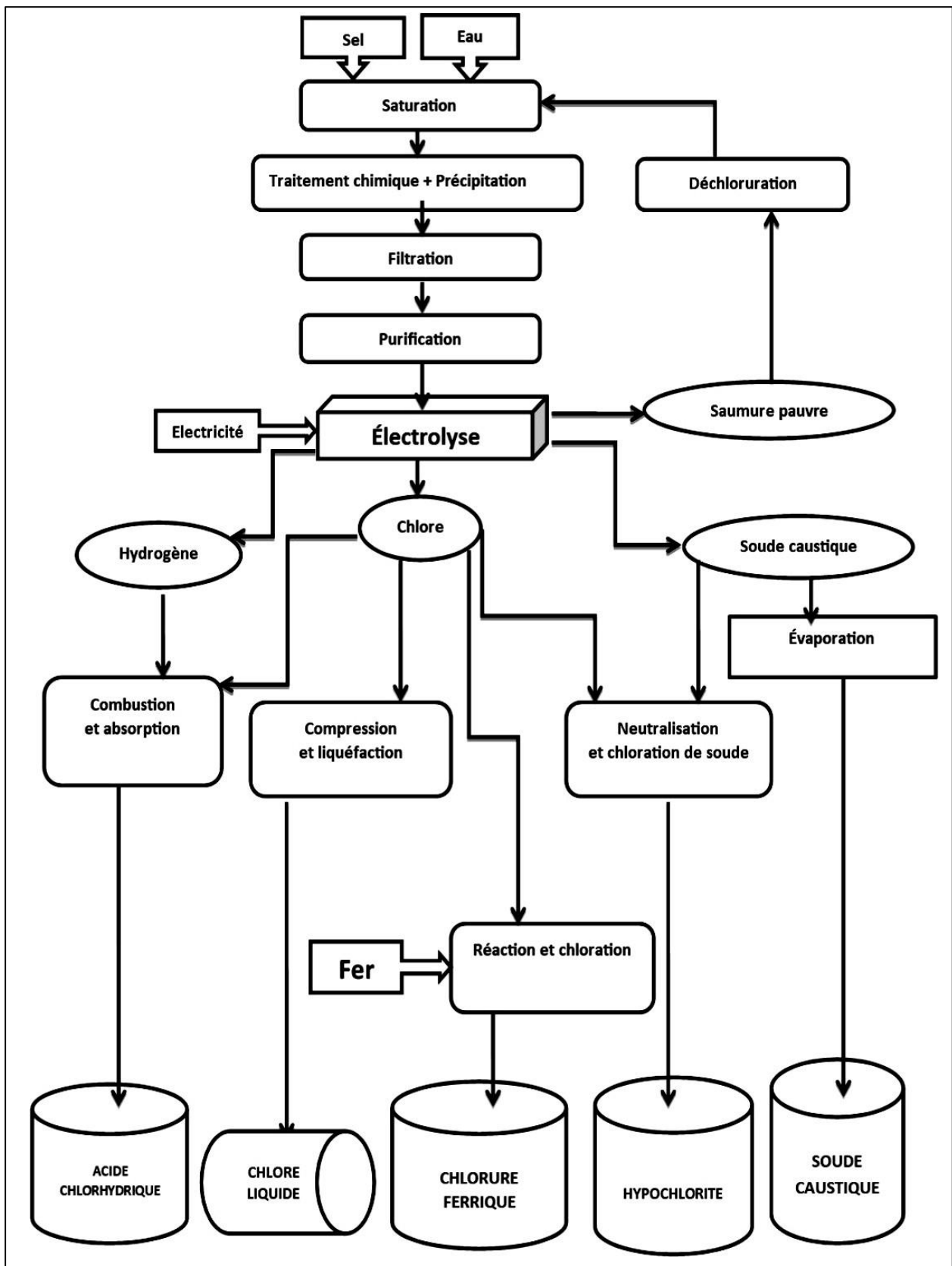


Figure II.4: Étapes de fabrication du chlore.

II.5.2.1. SATURATION

Cette étape consiste à obtenir de la saumure à partir du sel brut (NaCl) sous forme de solide, la matière première extraite de l'eau salée, qui est apporté de la ville d'Oued (figure II.5).



Figure II.5: Sel brut (NaCl).

Le sel est tout d'abord déchargé et stocké dans une trémie. Puis, à l'aide de deux tapis (figure II.6.a), il est évacué dans deux bacs (saturateurs) A (T101) et B (T101) où il se dissout (figure II.6.b). Ensuite, il passe à l'état de solution liquide par l'ajout de l'eau afin d'avoir une saumure ; La saumure ainsi produite doit avoir une concentration de 300 à 310 g/L en NaCl et une température supérieure à 45°C (voir figure II.7) [13,17].

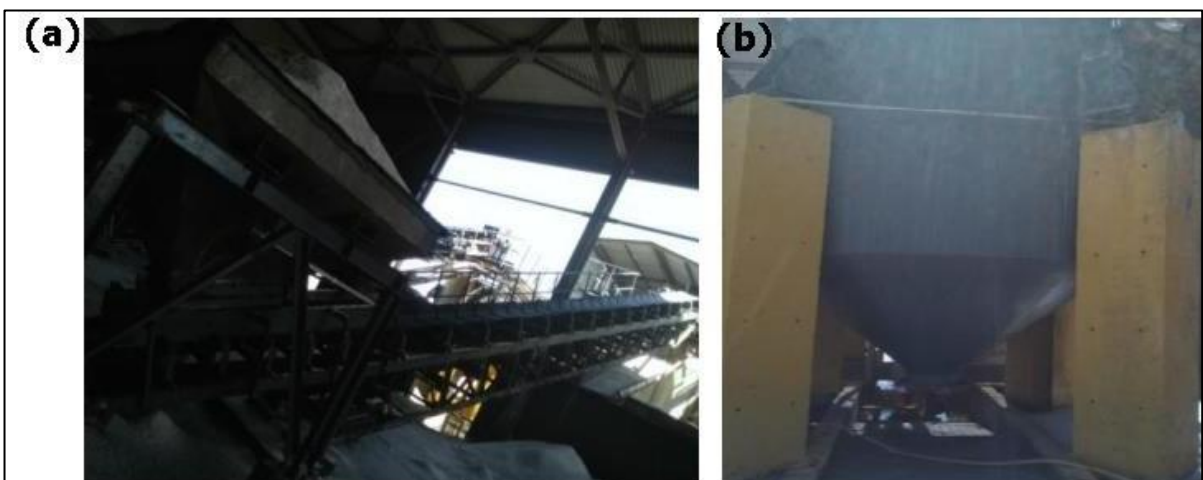


Figure II.6: (a) tapis, (b) Saturateur.

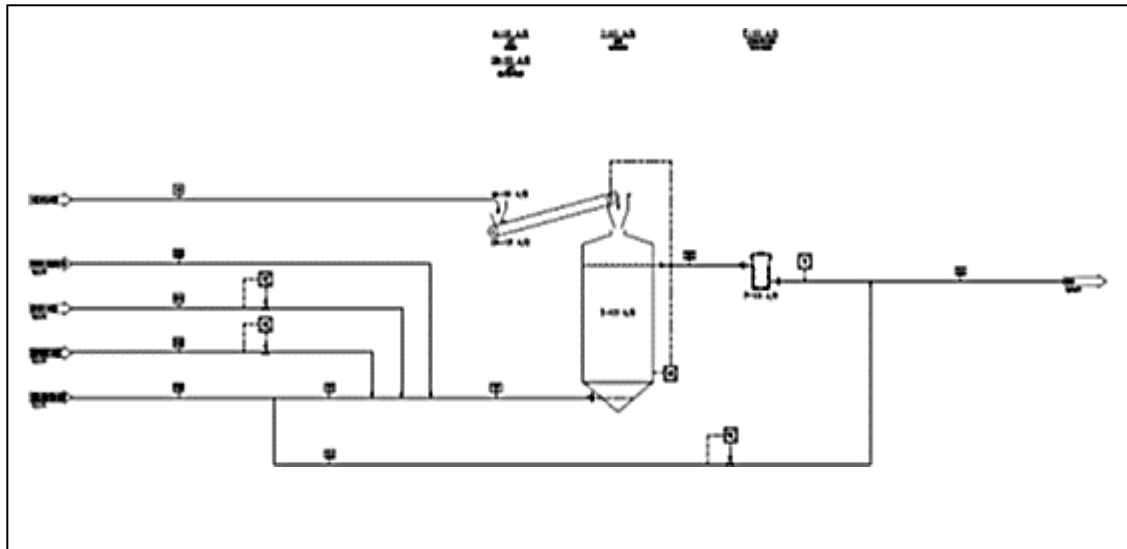
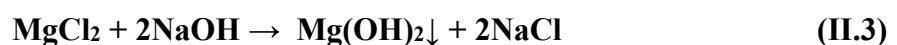
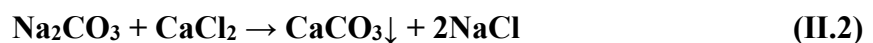


Figure II.7: Schéma de manipulation du sel et saturation de la saumure.

II.5.2.2. TRAITEMENT CHIMIQUE DE LA SAUMURE

L'objectif de cette opération est l'élimination des particules contaminées affectant la qualité du produit et ses performances.

La saumure sortant du saturateur parcourt trois réacteurs (figure II.8.a) ; T102, T104 et T106 pour extraire les impuretés sous forme de précipités qui sont le calcium (Ca), le magnésium (Mg) et le sulfate (SO₄) en utilisant des produits chimiques (Na₂CO₃ ; NaOH ; BaCl₂) selon les réactions suivantes :



Par la suite, les flocculant (FeCl₃) sont aussi incorporés en vue de stimuler la précipitation ou la floculation des impuretés par leur agrégation qui a pour conséquence d'accroître leurs poids pour se décanter au fond du réacteur (figure II.8.b) [15,16].

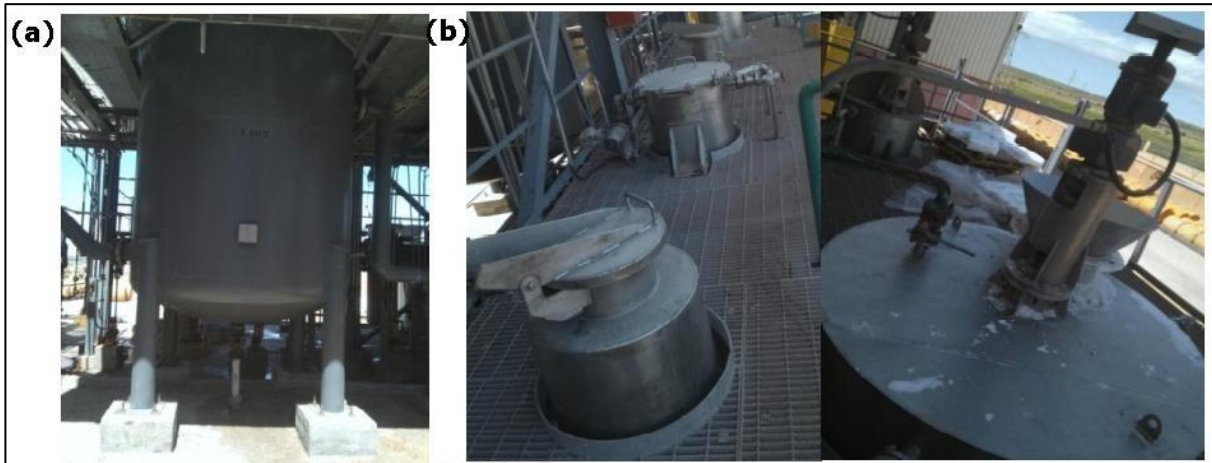


Figure II.8: (a) Réacteur T102, (b) Produits chimiques.

II.5.2.3. TRAITEMENT PHYSIQUE DE LA SAUMURE

Le traitement physique (figure II.9) de la saumure se procède en traversant un réacteur clarifié T108 qui est un grand décanteur concave dans lequel la boue répandue se décante par rotation (figure II.10). Lors de la décantation, les précipités accumulés (principalement $Mg(OH)_2$ et $CaCO_3$) sont collectés au fond du décanteur sous forme de boues à évacuer [11,13].

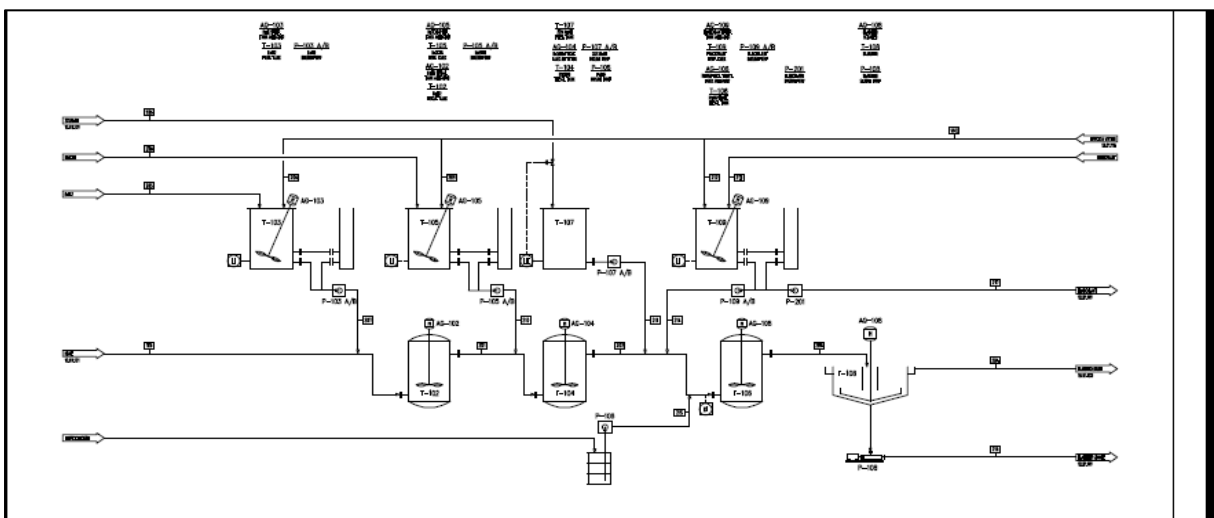


Figure II.9: Schéma de traitement de la saumure.

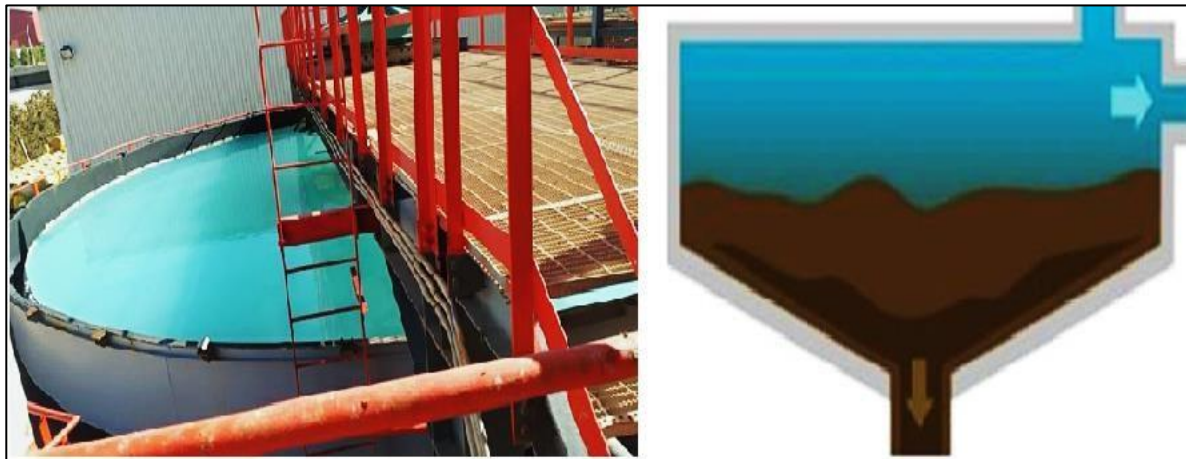


Figure II.10: Décanteur (T108).

II.5.2.4. FILTRATION DE LA SAUMURE

Afin que la saumure soit filtrée, elle est transférée vers un bac de stockage le T110 ; via deux pompes P110A et P110B et ensuite, elle est introduite dans deux filtres F111A et F111B pour sa filtration (figure II.11.13).



Figure II.11: Bac de stockage T-110 avec deux pompes P-110A et P-110B.

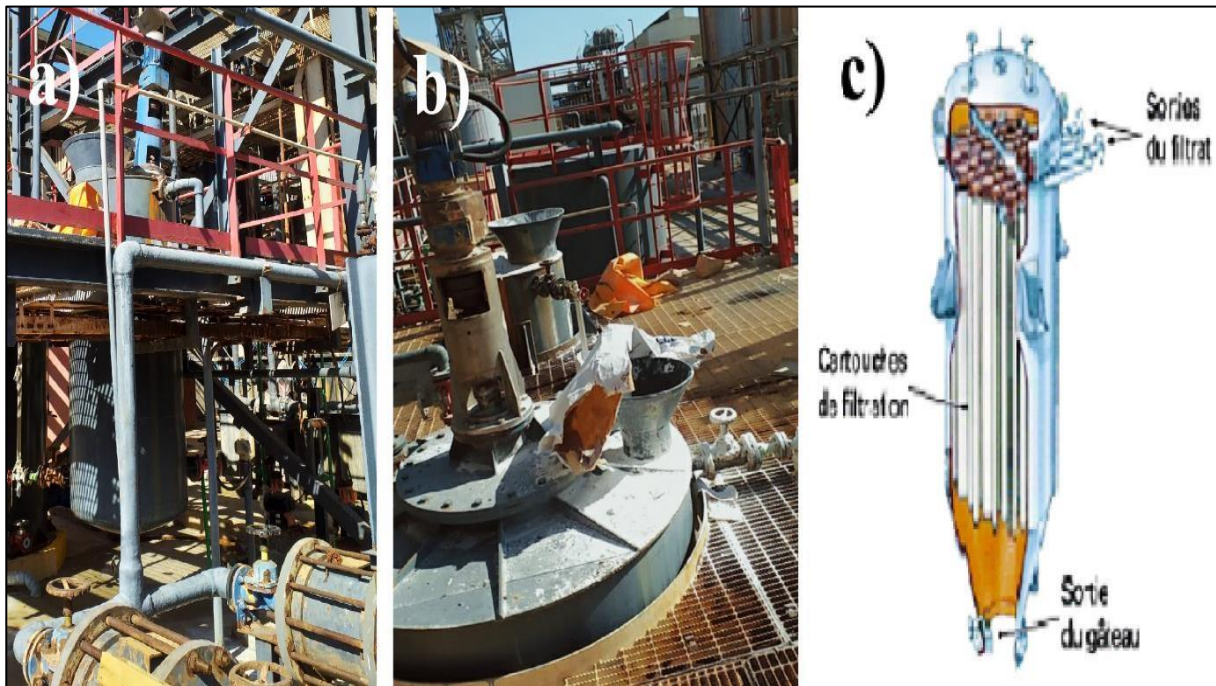


Figure II.12: La filtration :(a) les deux filtres F-111A et F-111B, (b) L'entrée de cellulose,

Ensuite, elle est introduite dans deux filtres F-111A et F-111B pour sa filtration (figure II.12).

La filtration s'établit en trois étapes à l'aide d'un pre-coat comme indiqué à la (figure II.13) [11,15,16] :

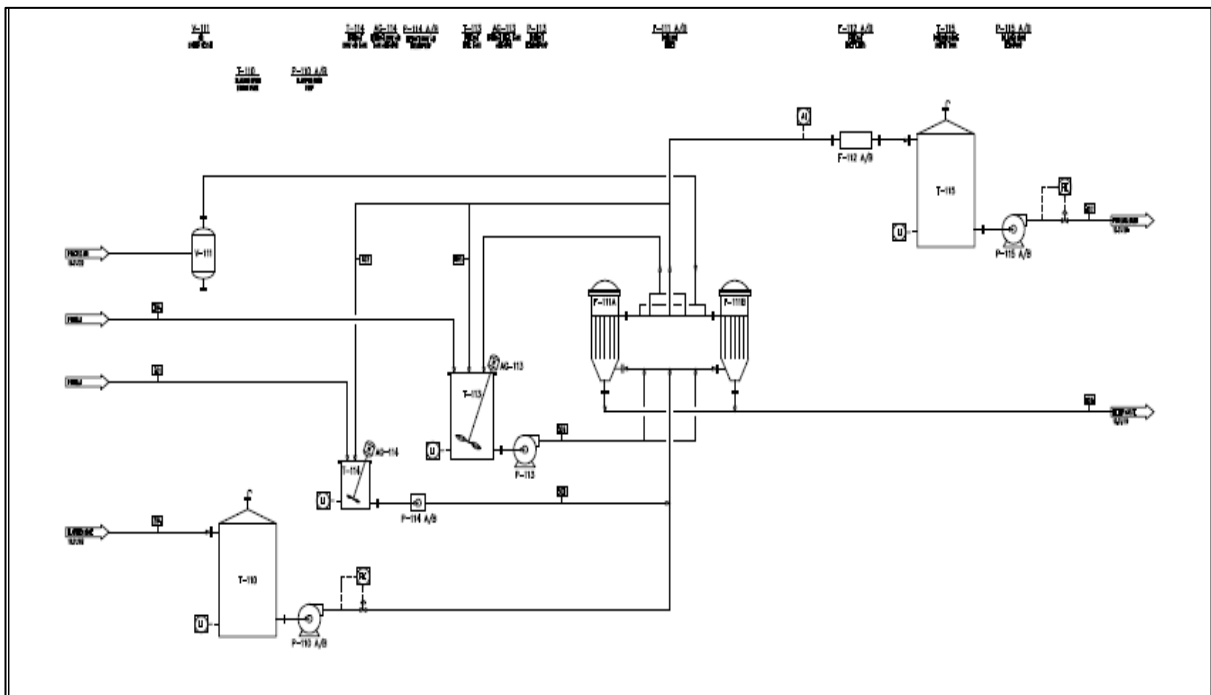


Figure II.13: Schéma de filtration de la saumure.

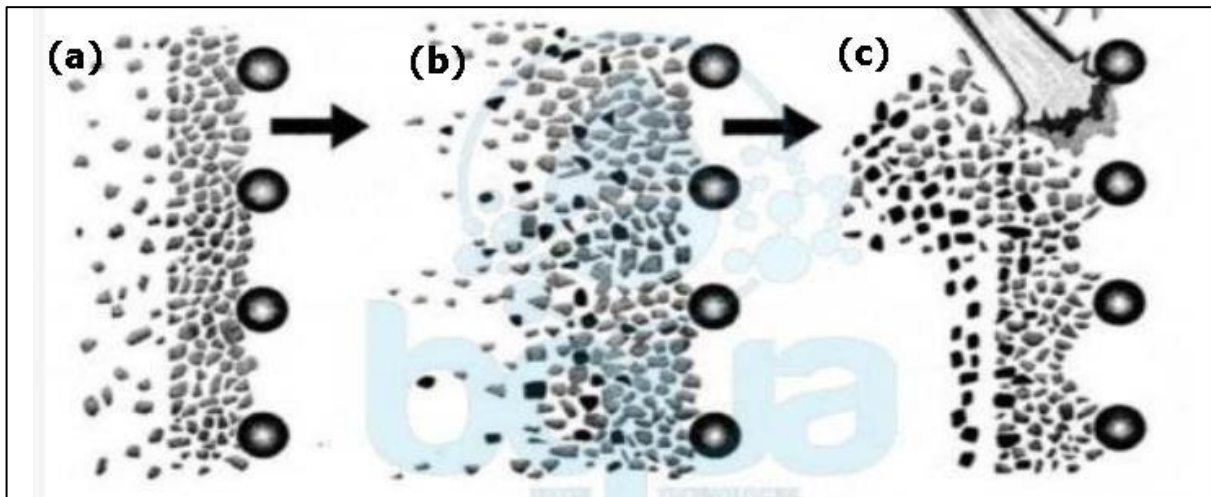


Figure II.14: Étapes de filtration de la saumure : (a) Formation de precoat, (b) Formation de gâteau de filtration, (c) Enlèvement de gâteau de filtre.

II.5.2.5. DEIONISATION (PURIFICATION) DE LA SAUMURE

L'unité de déionisation de la saumure est installée pour réduire la dureté de la saumure en Mg^{2+} et Ca^{2+} à 20 ppb et conserver la haute performance de l'électrolyse membranaire (figure II.13).

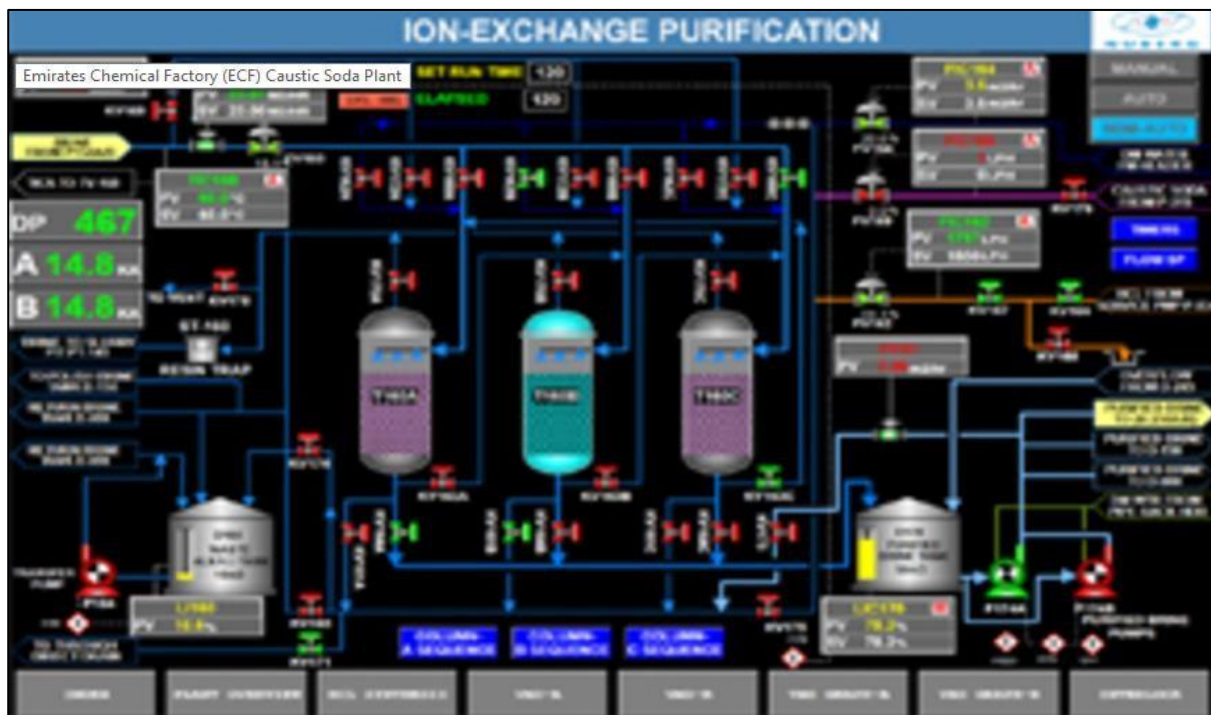


Figure II.15: Unité de déionisation de la saumure.

Dans cette étape, la saumure est envoyée vers le bac de stockage T115 où elle est transmise à un échangeur de chaleur par deux pompes P115A et P115B afin d'augmenter la température de 40°C jusqu'à 60°C. La saumure est ensuite envoyée aux colonnes V115 A ; B et C en série (figure II.14) pour qu'elle soit filtrée par une résine qui permet d'éliminer les impuretés métalliques sous forme de cations (Ca, Mg, Fe, ...).

Lors du fonctionnement continu de deux colonnes, l'une de ces dernières entre à la régénération avec la soude NaOH et l'acide HCl ainsi que le rinçage avec l'eau pour extraire complètement la résine les traces de régénérant [10, 13,16].



Figure II.16: Les colonnes V115 A, B, C.

II.5.2.6. L'ELECTROLYSE

Une fois filtrée (déionisée), la saumure pure est pénétrée dans le bac de stockage T120. Ensuite elle est transférée à l'électrolyseur par deux pompes P120A et P120B où s'effectue le processus d'électrolyse de la saumure (figure II.17.18.19).

L'électrolyseur mis en œuvre est formé d'un nombre défini de cellules composée Chacune d'elle d'une anode en titane, une cathode en nickel et une membrane poreuse. Ces cellules sont groupées et branchées aux bornes des électrodes (la cathode et de l'anode) du redresseur qui assure l'alimentation en courant continu de ces cellules pour la formation des réactions de l'électrolyse.

Sous l'influence d'un courant continu, la membrane permet sélectivement aux ions sodium (Na⁺) de migrer de l'anode vers la cathode afin d'être combiné aux ions hydroxydes (OH⁻) formant ainsi de la soude caustique (NaOH) de 31% à 32% selon la réaction [11,16,17] :



La soude caustique produite est écoulee au réservoir de stockage puis diluée à une concentration de l'ordre de 20% pour son application dans la fabrication de l'hypochlorite de sodium alors que le chlore gazeux recueilli au niveau de l'anode est conduit vers le réacteur pour la production de l'hypochlorite de sodium (eau de Javel) ou pour la production d'autres produits à savoir ; l'acide chlorhydrique HCl, le chlorure ferrique FeCl₃ et chlore liquide Cl₂. L'hydrogène formé ainsi lors de la réduction de l'eau au niveau de la cathode est dissipé dans l'atmosphère [10].

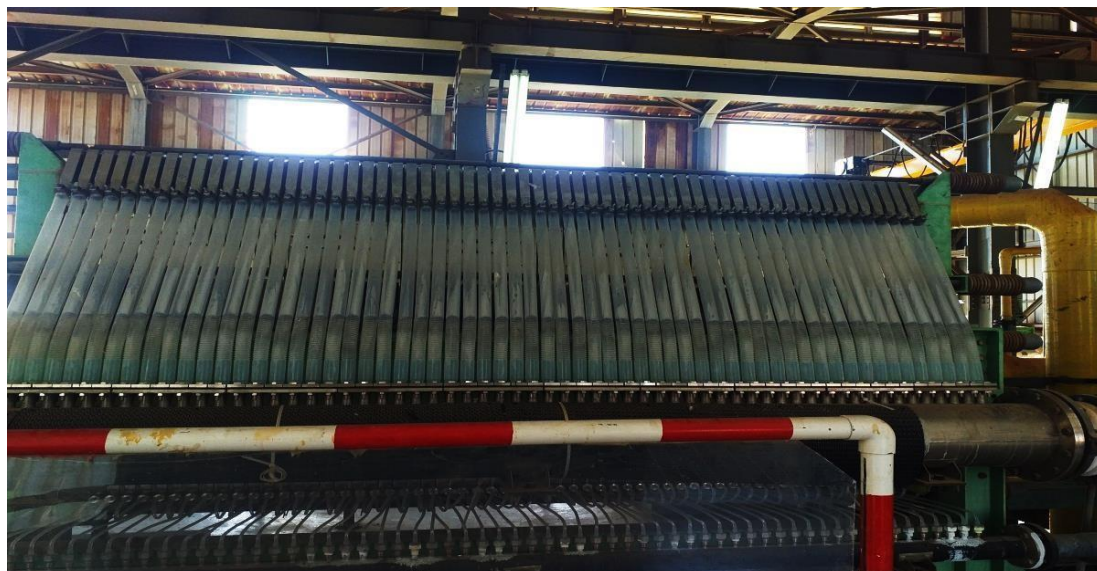


Figure II.18: Electrolyseur de chlorure.

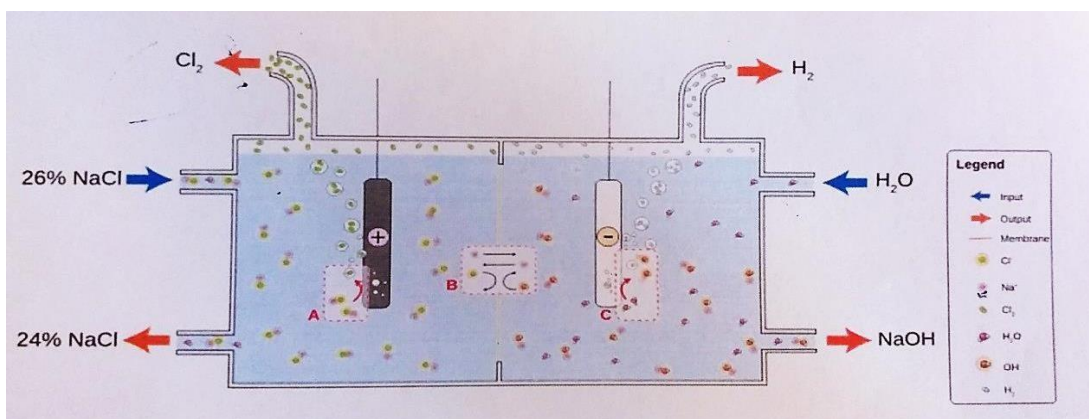


Figure II.17: Schéma d'électrolyse à membrane

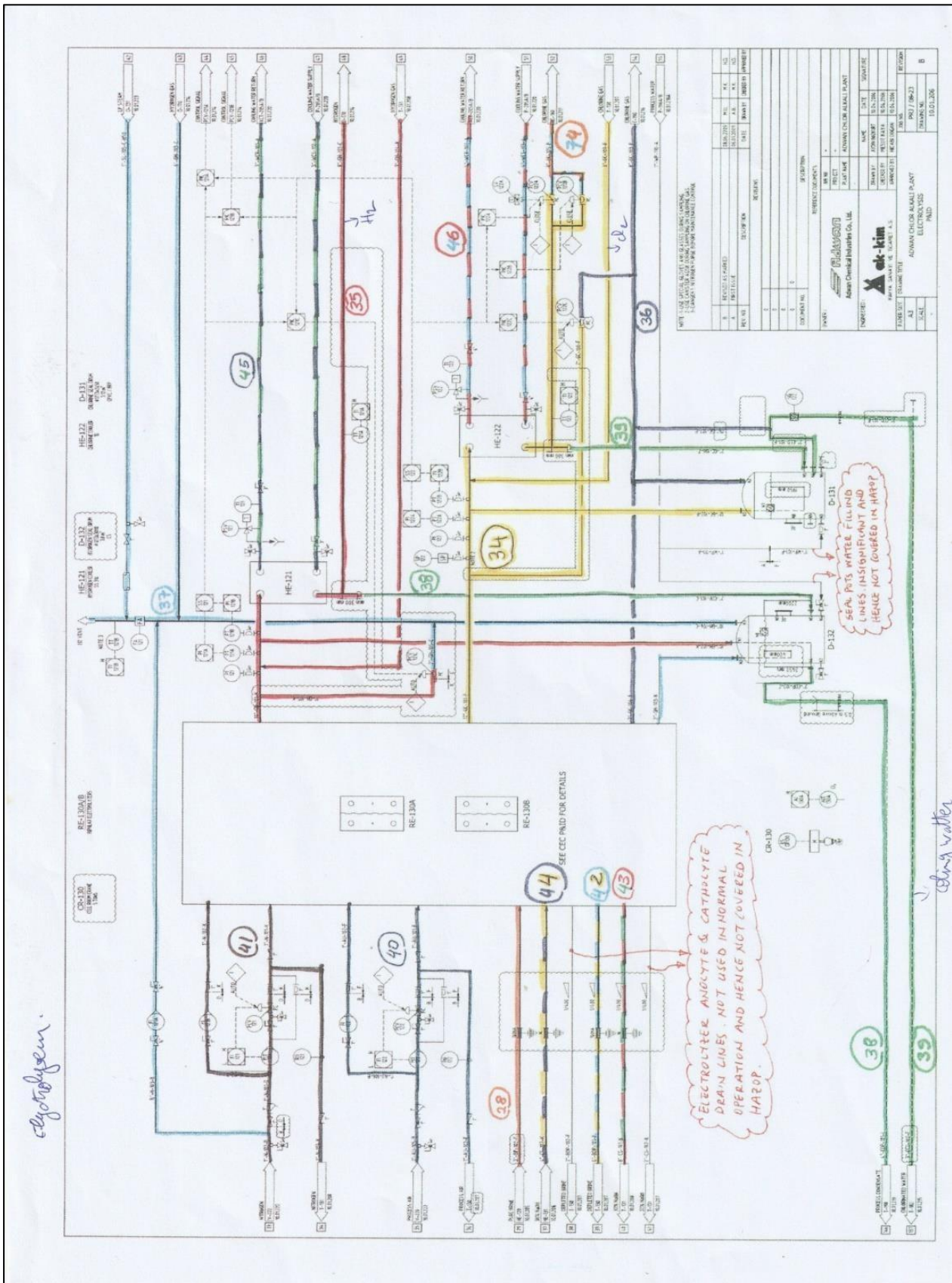
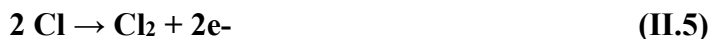


Figure II.19: Schéma du processus d'électrolyse de la saumure.

II.5.3. OBTENTION DU CHLORE

Le chlore est particulièrement réalisé par électrolyse de solutions aqueuses de chlorure de sodium à partir de la demi-réaction d'oxydation (5) et à la réduction de l'eau avec production d'ions hydroxydes (6) à l'anode et la cathode respectivement [10] :



Par mesure de sécurité, chaque électrolyse est équipée d'une installation capable de transformer le chlore hautement concentré en un hypochlorite de faible concentration. Ainsi, les procédés de sa fabrication sont essentiellement électrolytiques comprenant trois techniques différentes [12] :

le procédé d'électrolyse à diaphragme et le procédé d'électrolyse à membrane qui permettent de séparer les compartiments anodiques et cathodiques.

le procédé à l'amalgame de mercure, aussi appelé l'électrolyse à mercure qui permet d'éviter la réduction de l'eau et conséquemment la formation d'hydroxydes.

Dans le cas de l'industrie Adwan, le procédé utilisé est celui de l'électrolyse membranaire étant le plus respectueux pour l'environnement [17,19].

II.5.3.1. ELECTROLYSE A MEMBRANE

Développée dans les années 70, cette technique nécessite une cellule subdivisée en deux compartiments, le compartiment anodique alimenté par la saumure purifiée et saturée en chlorure de sodium et le compartiment cathodique, via une membrane poreuse de haute qualité fonctionnant ainsi comme un échangeur d'ions. La membrane est formée d'un squelette de polymère perfluoré des deux côtés où sont greffés les deux groupes d'échangeurs de cations : le sulfonique à l'anode, le carboxylique à la cathode comme illustré sur la figure II.20.

Le chlore gazeux se libère à l'anode, l'hydrogène à la cathode. Les ions de sodium passent au compartiment cathodique en traversant la membrane et réagissent en présence de l'eau formant ainsi la lessive de soude. Par évaporation, la densité finale est évoluée de 32% à 50%.

L'avantage du procédé à membrane réside dans la consommation d'énergie basse voisine de celle des cellules à diaphragme et la production d'une soude caustique très pure.

Ce processus est utilisé pour la production de 33% du chlore en Europe. [15-17,21].

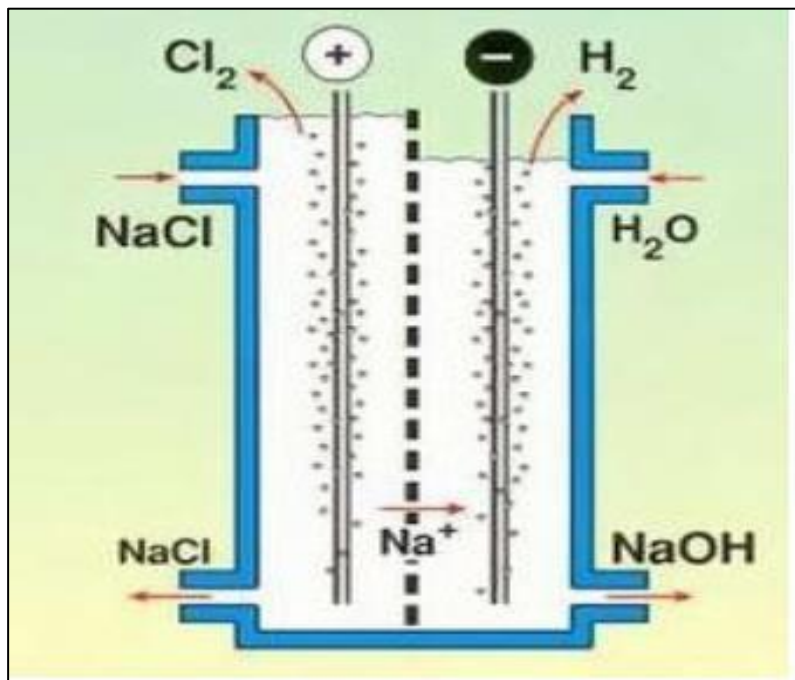


Figure II.20: Electrolyse à membrane

II.5.4. REFROIDISSEMENT ET SECHAGE CHLORE

Évacué des électrolyseurs, Le chlore gaz humide est refroidi par l'eau glacée au niveau de son refroidisseur correspondant HE-160 à une température maintenue d'environ 15 ° C et contrôlée avec la vanne de contrôle de température TCV-160 et la paire de réglages de commande TT-160 de l'émetteur de température. Le chlore doux est retiré de son eau passant par le dimère de chlore D-160.

Le gaz de chlore refroidi est séparé en quatre flux ; le premier va à la neutralisation, le second concerne l'hypochlorite, le troisième passe à l'unité de synthèse de HCl sous une pression constante et contrôlée par des soupapes de contrôle de pression (PCV-160 A et B) et un émetteur de pression (PT-160) et le quatrième se dirige vers la tour de séchage composée de deux opérateurs tel présenté à la figure II.21.22, l'opérateur C-161 avec environ 83% de H₂SO₄ (acide faible) circulant sous une faible Pompes P-161 A et B et l'opérateur C-162 avec 96% de H₂SO₄ (acide fort) qui circule au moyen d'une forte pompe à acide, P-126 A et B.

En raison de la chaleur de décoloration de l'acide sulfurique, il est refroidi à l'eau glacée par un refroidisseur d'acide HE-161 pour maintenir une température inférieure à environ 30 ° C dans la première tour C-161 [10, 13,21].

Une certaine quantité d'eau dans le gaz chloré est éliminée dans la première tour d'acide, C-161, et l'eau restante est enlevée dans la deuxième tour d'acide, C-162.



Figure II.21: (a) Sécheur C-161 et C-162 ; (b) Échangeur de chaleur HE-161.

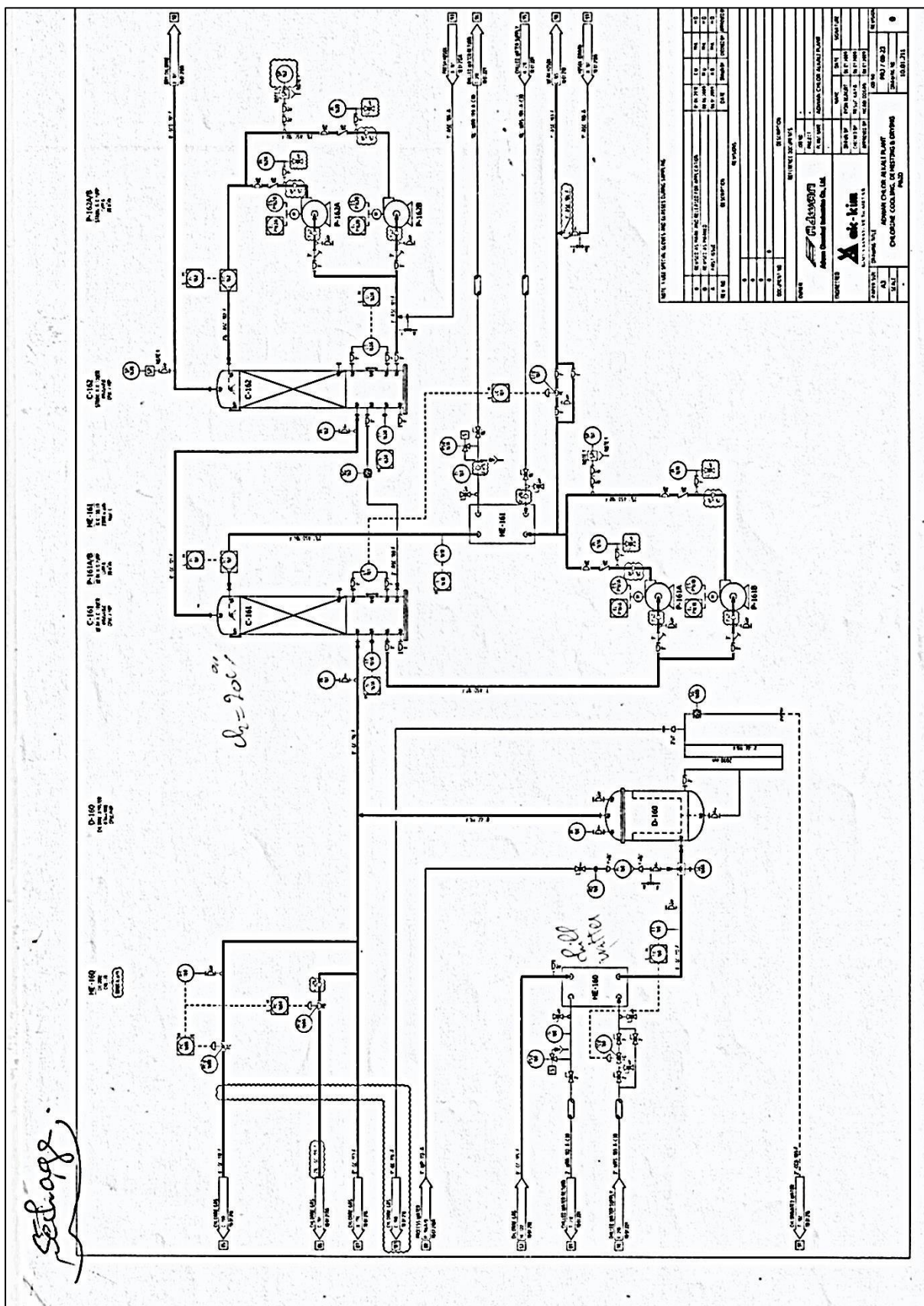


Figure II.22: Schéma du processus de refroidissement et séchage du chlore gazeux.

II.5.5. COMPRESSION ET LIQUEFACTION DU CHLORE

II.5.5.1. COMPRESSION DU CHLORE

Le gaz chloré sec est comprimé tout d'abord à l'aide d'un compresseur à anneau liquide avec 96% de H_2SO_4 en un mélange de deux phases chlore gazeux comprimé/gaz sulfurique (figure II.23.24). Puis, il est envoyé au premier séparateur XD-161 où il est séparé de l'acide sulfurique et déchargé après avoir traversé un élément de démoulage, à une pression de 3,5 bar ensuite au second séparateur D-161 où l'acide sulfurique est recyclé dans le refroidisseur XHE-161 qui supprime l'énergie de compression. Le recyclage du gaz chloré est contrôlé par le contrôleur de pression PIC-4161 [13].



Figure II.23: (a) Compresseur à anneau liquide; (b) Séparateur D-161; (c) Séparateur XD-161.

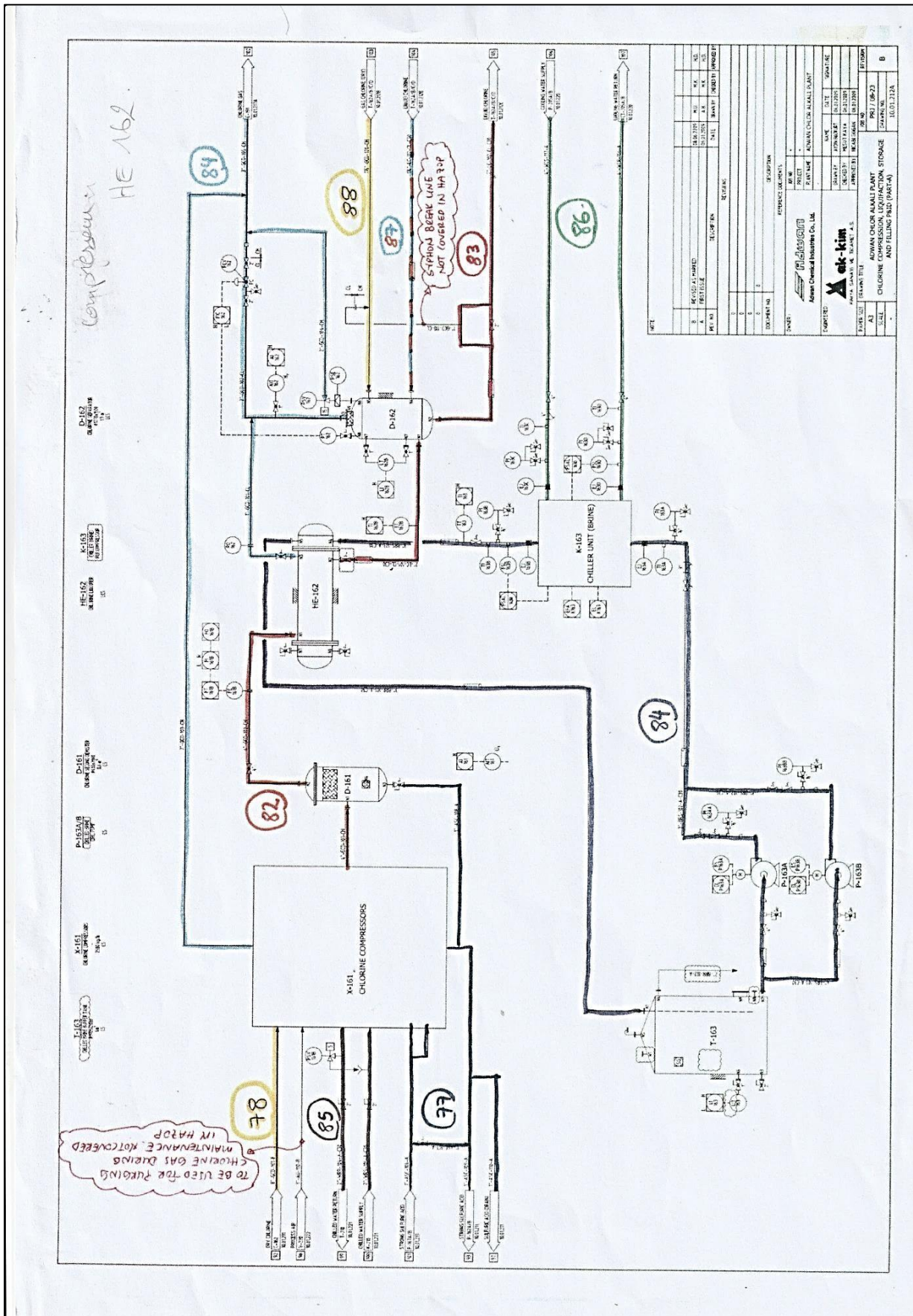


Figure II.24: Schéma de compression du chlore.

II.5.5.2. LIQUEFACTION DU CHLORE

La liquéfaction du chlore a pour objectif de réduire son volume pour pouvoir le transporter sur de très grandes distances. Elle est aussi employée, pour stocker une partie du gaz sous forme liquide en période de plus faible consommation et le vaporiser lorsque la demande est forte.

Pour liquéfier le chlore, des unités de refroidissement de remorquage sont prévues pour produire la saumure réfrigérée et collecter la saumure glacée et la pomper vers l'unité de refroidissement (K-163) 12 ° C (figure II.25.26).

Sec et comprimé à une pression d'environ 3,5 bar, Le gaz de chlore entre dans le liquéfacteur HE-162 où il est refroidi et liquéfié à l'aide d'une solution de diéthylenglycol (DEG) dans l'échangeur de chaleur à calendre et à tubes. Ensuite, il est transféré par gravité au séparateur D-162 où le mélange à deux phases de chlore gazeux / liquide est séparé [11,14].



Figure II.25: Echangeur de chaleur tubulaire à calendre HE-162.

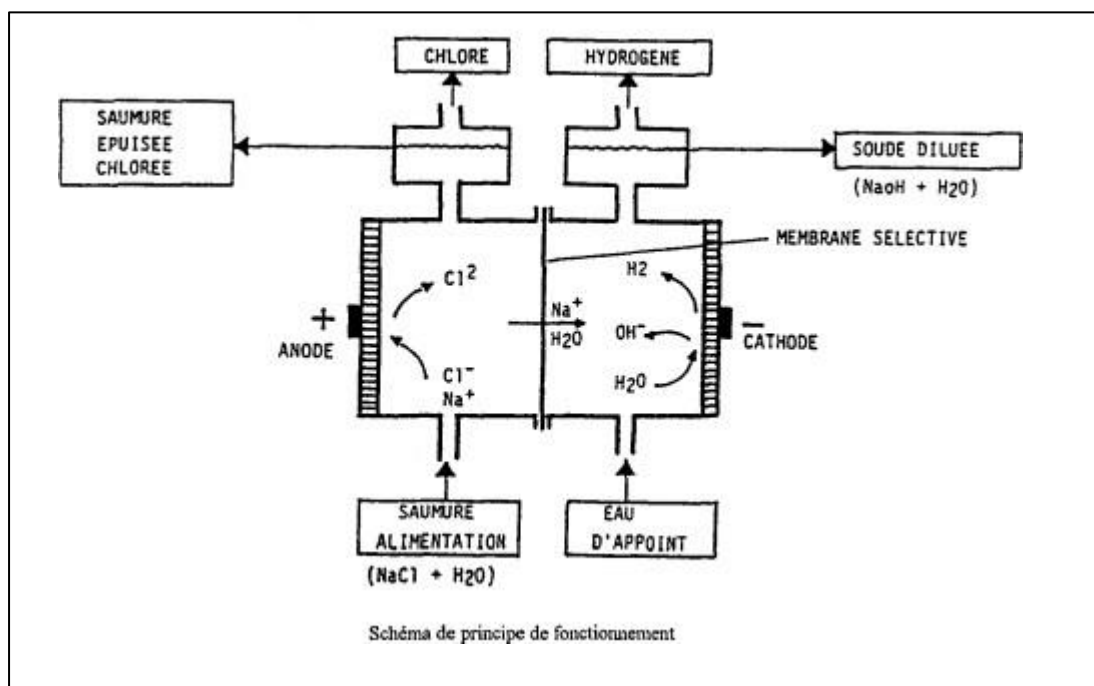


Figure II.26: Schéma de principe de liquéfaction du chlore .

II.5.6. STOCKAGE ET REMPLISSAGE DU CHLORE LIQUIDE

Le chlore liquéfié d'une densité de $1500 \text{ kg} / \text{m}^3$ s'écoule par gravité vers l'un des réservoirs de stockage T-162A / B / C / D d'une capacité d'eau de 50 m^3 (figure II.27). Les gaz résiduels au chlore et les inertes sont ventilés sous contrôle de contre-pression PIC-162 à la réaction de l'hypochlorite de sodium C-191.



Figure II.27: Réservoirs de stockage.

Dans ces réservoirs, 75 tonnes de chlore liquide peuvent être stockées avec un volume qui ne dépasse pas 95% du volume total disponible du bac, même pour une température maximale de 50 ° C.

Des bouteilles de chlore liquides (conteneurs à tonne) (figure I.28) sont remplies dans les trois stations de remplissage dans lesquelles le processus de remplissage est effectué manuellement par l'opérateur de la zone. Les stations de remplissage sont équipées de balances reliées aux transmetteurs de poids et aux panneaux de contrôle locaux. L'opérateur remplit les cylindres en utilisant les boutons sur le panneau de commande et peut surveiller la quantité de remplissage du chlore sur l'écran du panneau [16]. Les réservoirs de stockage de chlore liquide sont également équipés d'une soupape à excès de débit.



Figure II.28: Les bouteilles de chlore liquides

II.6.CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons fourni une description du chlore étant un composé chimique halogéné dont les propriétés lui confèrent une grande importance dans la vie humaine et le développement industriel. Par la suite, nous avons détaillé les différentes techniques de sa fabrication.

CHAPITRE III

Partie pratique

III. CHAPITRE III : Partie pratique

III.1. INTRODUCTION

Le laboratoire de l'entreprise Adwan joue un rôle central dans le contrôle de la qualité des produits finis. Son objectif principal est de s'assurer que les produits répondent aux exigences des normes internationales en termes de pureté, de stabilité et de sécurité. Durant notre stage, nous avons participé aux différentes étapes des analyses de contrôle qualité portant sur les produits salins (notamment le NaCl) et les dérivés chlorés.

III.2. ANALYSES EFFECTUEES AU NIVEAU DU LABORATOIRE

III.2.1. L'ANALYSE DE SEL GEMME BRUTE :

III.2.1.1. SEL GEMME BRUT :

Comme tous les zones industrielle le sel utilisé au ADWAN est sel industriel qui rapporté de marais salant EL OUAD des caractéristiques suivantes :

Tableau III.1. Norme idéal de Nacl

Humidité	5%	Max
NaCl	98.5%	Min
Ca (ppm)	2210	Max
Mg (ppm)	1620	Max
Ratio Ca/Mg	≥ 1.5	Min
SO₄	0,39%	Max
Matières insolubles	0.1166%	Max

• MODE ACTION :

1- HUMIDITE % :

- ✓ Nous pesons **m = 10g** de sel
- ✓ Nous prenons la quantité pondérée de sel puis la mettons dans un appareil de mesure humidité pendant une demi-heure. comme indiqué dans la figure suivante



Figure III.1: Appareil mesure humidité

2- CHLORURE DE SODIUM NaCl %:

- ❖ Nous prenons un bicher rempli d'eau et vidons en $m = 50 \text{ g}$ et le mettons sur le dispositif de résistance jusqu'à ce que le sel soit complètement dissous dans l'eau
- ❖ Nous utilisons le ballon $V=1000 \text{ ml}$ pour effectuer le processus de filtration.
- ❖ Après le processus de filtration, nous remplissons la fiole de volumétrie d'eau jusqu'à ce qu'il atteigne la ligne George. comme indiqué dans la figure suivante.



Figure III.2: Filtration de la saumure

Les étapes de l'expérience:

- ❖ Nous mesurons un volume de $V = 50 \text{ ml}$ des solutions saline résultante
- ❖ Ensuite, nous mettons le volume d'eau et de saumure précédemment mesuré dans une fiole conique de $V = 250 \text{ ml}$.
- ❖ Ajouter le : **DPC** (Diphénylcarbazine).
- ❖ Quantité de vert de promo crésol
- ❖ l'acide nitrique (HNO_3) d'une concentration $C = 0,1\text{N}$

Nous commençons le titrage en utilisant le nitrate de mercure ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$) avec une concentration de $C = 0,25 \text{ M}$ présent dans la burette à la solution dans la fiole conique avec un mélangeur la solution en continu pendant le titrage et au point d'équivalence, la couleur bleue se forme, ce qui indique la fin du processus de titrage.

RESULTAT ET CALCULS:

- ✓ $V_{\text{eq}} = 16,2\text{ml}$
- ✓ $C_{\text{Hg}(\text{NO}_3)_2} = 0,25 \text{ M}$
- ✓ $M_{\text{NaCl}} = 58,5\text{gp mol}$
- ✓ $T_{\text{sel}} \text{ échantillon} = 0.25 \text{ g}$
- ✓ $5\text{g} \longrightarrow 50\text{ml}$
- ✓ $T_{\text{sel}} \text{ échantillon} \longrightarrow 1000\text{ml}$
- ✓ $T_{\text{sel}} \text{ échantillon} = 0.25\text{g}$
- ❖ On note la valeur titrée:

$$\text{NaCl}\% = (V_{\text{eq}} * C_{\text{Hg}(\text{NO}_3)_2} * M_{\text{NaCl}}) * 100 / T_{\text{sel}} \text{ échantillon} * 1000$$

$$\text{NaCl}\% = 94.77\%$$

3- CALCIUM (Ca)%:

Les étapes de l'expérience:

- ❖ Nous mesurons un volume de $V = 50 \text{ ml}$ de la solution saline résultante
- ❖ Ensuite, nous mettons le volume d'eau et de saumure précédemment mesuré dans une fiole conique de $V = 250 \text{ ml}$.
- ❖ Ajouter Une cuillère à café de **BIR** (indicateur de Patton et reeder), goutte de hydroxyde de sodium, (**NaOH**) de concentration $C = 1 \text{ N}$.

Nous commençons le titrage en utilisant le (**EDTA**) (éthylène diamine tétra acétique) avec une concentration de $C = 0,01 \text{ M}$ présent dans la burette à la solution dans la fiole conique avec un mélanger la solution en continu pendant le titrage et au point d'équivalence, l couleur bleu se forme, ce qui indique la fin du processus de titrage.

RESULTAT ET CALCULS:

- ✓ $V_{eq} = 4,2 \text{ ml}$
- ✓ $C_{EDTA} = 0,01 \text{ M}$
- ✓ $M_{Ca} = 40 \text{ g/mol}$
- ✓ $V_{\text{échantillon}} = 50 \text{ ml}$

$$\rho = \frac{m}{v} = 5 \frac{\text{g}}{50 \text{ ml}} = 0.1 \frac{\text{g}}{\text{ml}}$$

$$v_{\text{échantillon}} = \frac{m}{\rho} = \frac{5}{0.1} = 50 \text{ ml}$$

- ❖ On note la valeur titrée

$$\text{Ca}\% = (V_{eq}(\text{ml}) * C_{(EDTA)} * M_{Ca} / V_{\text{échantillon}})$$

$$\text{Ca}\% = 0.034\% = 340 \text{ ppm}$$

4- MAGNESIUM (Mg)%:

Les étapes de l'expérience:

- ❖ Nous mesurons un volume de $V=5\text{ml}$ de la solution saline résultante
- ❖ Ensuite, nous mettons le volume d'eau et de saumure précédemment mesuré dans une fiole conique de $V= 250 \text{ ml}$.
- ❖ Ajouter un $V=1 \text{ ml}$ de acide chlore hydrique (HCl) de concentration $C= 1 \text{ N}$
- ❖ Ajouter un $V=20\text{ml}$ tampon d'ammoniaque.
- ❖ Goutte d'EBT (Noir ériochrome T).

Nous commençons le titrage en utilisant le (EDTA) (éthylène diamine tétra acétique) avec une concentration de $C = 0,01 \text{ M}$ présent dans la burette à la solution dans la fiole conique avec un mélanger la solution en continu pendant le titrage et au point d'équivalence, le couleur bleu se forme, ce qui indique la fin du processus de titrage.

RESULTAT ET CALCULS:

$$V_{eq(Mg)} = V_{eq} - V_{Ca}$$

$$V_{eq(Mg)} = 8,1 - 4,2 = 3,9 \text{ ml}$$

$$\checkmark V_{eq(Mg)} = 3,9 \text{ ml}$$

$$\checkmark C_{EDTA} = 0,01 \text{ M}$$

$$\checkmark M_{Mg} = 24 \text{ gp mol}$$

$$\checkmark V_{\text{échantillon}} = 50 \text{ ml}$$

- ❖ On note la valeur titrée:

$$\text{Mg}\% = (V_{eq(mg)} * C_{(EDTA)} * M_{Mg} / V_{\text{échantillon}})$$

$$\text{Mg}\% = 0.02\% = 200 \text{ ppm}$$

5- SULFATE(SO₄)%:

Créer une courbe d'étalonnage valeur de turbidité (Ntu) ver sus son (ppm) solution

la pente (k) de la courbe : **K=0.2**

$$\text{SO}_4 \% = \text{Ntu} * 10^{-3} * 0.2$$

$$\text{SO}_4 \% = 0.4\%$$

III.2.1.2. LE RESULTAT :

III.2.1.3. Tableau III.2: Comparé résultat d'un échantillon NaCl avec normes idéal

Paramètre	Spécification (normes internes)	Résultat mesuré	Conformité	Commentaire
Humidité	≤ 5 %	1 %	✓ conforme	Échantillon bien séché, taux très faible.
NaCl	≥ 98,5 %	94,77 %	✗ non conforme	Pureté insuffisante, perte de rendement probable.
Calcium (Ca)	≤ 2 210 ppm	0,034 % → 340 ppm	✓ conforme	Très en dessous du seuil, bon adoucissement.
Magnésium (Mg)	≤ 1 620 ppm	0,020 % → 200 ppm	✓ conforme	Très bon niveau, aucun risque pour la membrane.
Ratio Ca/Mg	≥ 1,5	1,7	✓ conforme	Ratio équilibré, bonne efficacité de traitement.
Sulfates (SO ₄)	≤ 0,39 %	0,40 %	✗ limite dépassée	Léger dépassement, attention aux risques sur membrane.
Insolubles	≤ 0,1166 %	0,20 %	✗ non conforme	Excès de matières insolubles, risque de dépôts.

III.2.1.4. DISCUSSION DES RESULTATS

L'analyse de l'échantillon de sel, réalisée conformément aux méthodes internes de contrôle qualité, met en évidence une **conformité partielle aux spécifications techniques** exigées pour son utilisation dans le processus de fabrication, notamment dans les opérations d'électrolyse.

Parmi les paramètres conformes, on note :

Une **humidité très faible (1 %)**, favorable à la conservation et à la manipulation du produit.

Des teneurs en **Calcium (340 ppm)** et **Magnésium (200 ppm)** largement en dessous des seuils critiques, ce qui limite les risques d'entartrage, de dépôts ou d'endommagement des membranes.

Un **ratio Ca/Mg de 1,7**, supérieur au minimum requis, garantissant un bon équilibre ionique dans les solutions salines traitées.

Cependant, **trois paramètres critiques présentent des non-conformités** :

La **pureté en Chlorure de Sodium (94,77 %)**, bien en dessous du seuil minimal de 98,5 %, peut engendrer une diminution du rendement en chlore et en soude, et compromettre la stabilité des réactions électrochimiques.

La **teneur en Sulfates (0,40 %)**, bien que légèrement supérieure à la limite (0,39 %), représente un **risque avéré de dégradation prématurée des membranes** d'électrolyse.

- Le résultat de NaCl qui utilisé dans la fabrication :
- Tableau III.3: l'échantillon de NaCl qui conforme avec les normes

Parametre	Norme interne	Échantillon actuel	Conformité	Observation
Humidité	$\leq 5 \%$	1 %	✓ conforme	Très bon séchage, limite largement respectée.
NaCl	$\geq 96.04\%$	97,04 %	✓ conforme	Pureté juste au-dessus du seuil requis. Acceptable.
Calcium (Ca²⁺)	$\leq 2\,210$ ppm	1 082,16 ppm	✓ conforme	Bien en dessous du maximum, bon pour la protection des membranes.
Magnésium (Mg²⁺)	$\leq 1\,620$ ppm	705,28 ppm	✓ conforme	Faible teneur, favorable à la stabilité chimique.
Ratio Ca/Mg	$\geq 1,5a$	1,53	✓ conforme	Ratio équilibré, conforme aux exigences pour l'électrolyse.
Sulfates (SO₄²⁻)	$\leq 0,39 \%$	0,35 %	✓ conforme	Valeur proche du seuil. Doit être surveillée en cas d'augmentation.
Insolubles	$\leq 0,1166 \%$	0,13 %	✗ non conforme	Légèrement au-dessus de la norme, peut causer des dépôts ou colmatages.

Enfin, la **concentration en matières insolubles (0,20 %)**, presque deux fois supérieure à la norme, augmente considérablement le **risque de colmatage des installations, d'usure mécanique et de contamination du produit final**.

✓ **Spécifications du NaCl qui utilisé sur la production**

DISCUSSION DES RESULTATS :

Cet échantillon est globalement bon et peut être utilisé dans la production, mais il faudra faire attention à la pureté et aux matières insolubles pour éviter des problèmes à long terme.

III.2.2. L'ANALYSE DE LA SAUMURE :

III.2.2.1. ANALYSE DE LA SAUMURE PAR ICP-OES

L'analyse de la saumure par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES) a été réalisée afin de déterminer la teneur en éléments traces susceptibles d'affecter les performances du procédé d'électrolyse.

III.2.2.2. OBJECTIFS DE L'ANALYSE

La saumure utilisée dans le procédé d'électrolyse doit répondre à des exigences de pureté très strictes, notamment en ce qui concerne la présence d'impuretés métalliques telles que le calcium, le magnésium, le fer, l'aluminium ou encore le strontium. Ces éléments, même présents à l'état de traces, peuvent provoquer :

- ✓ des dépôts sur les membranes,
- ✓ une augmentation de la résistance électrique,
- ✓ une détérioration prématurée de la membrane ou des électrodes.

L'ICP-OES permet d'identifier et de quantifier ces éléments avec une grande sensibilité.

III.2.2.3. PRINCIPE DE LA METHODE :

La technique ICP-OES consiste à introduire l'échantillon de saumure sous forme liquide dans un plasma d'argon à haute température (environ 8000 K). Les atomes présents dans l'échantillon sont excités et émettent une lumière à des longueurs d'onde spécifiques. Ces signaux sont analysés par un spectromètre qui permet de déterminer la concentration de chaque élément.

III.2.2.4. PREPARATION DES ECHANTILLONS

Cette analyse est faite une fois par jour

- Le produit standard comme repère et déposé sur (0.1 0.2 0.3 ppm) (figure III.1).
- Mettre les échantillons à analyser dans S10 autosampler (figure III.1).
- Ils sont transférés après au ; plasma générateur
- Après quelques secondes lire directement le résultat sous forme d'un spectre à l'aide
- D'un logiciel (logiciel winlab 32)

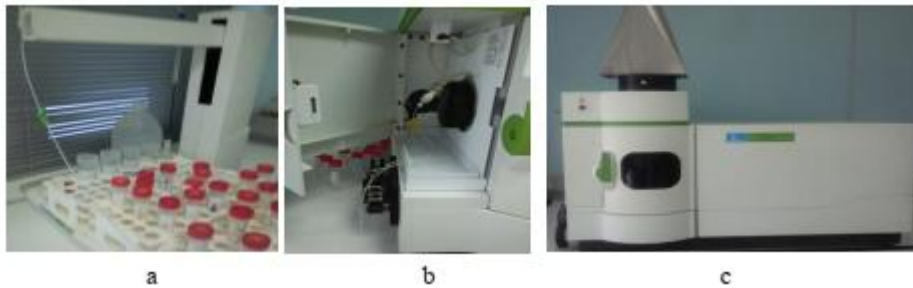


Figure III.3: (a) S10 autosampler ,(b) : plasma generator c:optical optima.

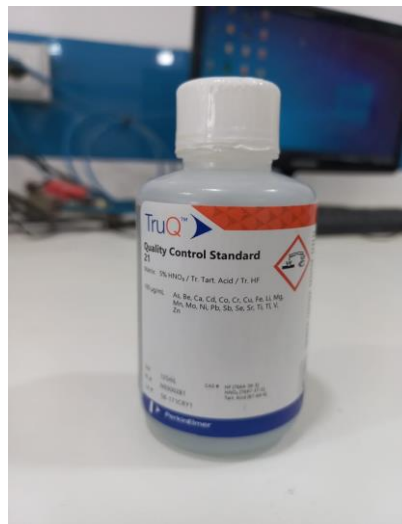


Figure III.4: Quality control standard.

III.2.2.5. LE RESULTAT ICP :

- **ANALYSE ICP DE LA SAUMURE – 26/05/2025**

Les résultats suivants présentent les concentrations des éléments traces analysés dans un échantillon de saumure par spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES). Ces valeurs sont comparées aux normes maximales recommandées pour garantir la sécurité du procédé d'électrolyse.

- **TABLEAU COMPARATIF DES ELEMENTS TRACES :**

Tableau III.4: compare résultats ICP par les norme

Élément	Concentration mesurée	Norme maximale admissible	Conformité
Ca + Mg	0.0098 ppm	0.02 ppm	Conforme
Mn	0.000873 ppm	0.01 ppm	Conforme
Sr	0.000991 ppm	0.4 ppm	Conforme
Fe	0.003288 ppm	0.1 ppm	Conforme
Ni	0.002492 ppm	0.01 ppm	Conforme
Al	0.018 ppm	0.10 ppm	Conforme
Ba	0.016 ppm	0.5 ppm	Conforme

- ANALYSE PAR ELEMENT :
- Tableau III.5: Observation de Résultats

Élément	Observation
Ca + Mg	Très faible (0.0098 ppm), bien en dessous de la limite (0.02 ppm). Cela reflète une bonne efficacité du système de décarbonatation / adoucissement.
Mn	Très faible (0.000873 ppm), aucun effet nocif attendu sur la membrane.
Sr	Présent à un niveau négligeable (0.000991 ppm), sans impact attendu.
Fe	Concentration bien maîtrisée (0.003 ppm). Le fer est un agent catalytique de la dégradation des membranes ; sa faible présence est un bon indicateur.
Ni	Présent en faible quantité (0.002 ppm), souvent d'origine matérielle (corrosion).
Al	0.018 ppm, soit largement conforme à la norme (0.1 ppm). Peut provenir du coagulant à base d'alun utilisé dans le prétraitement.
Ba	0.016 ppm, valeur très faible. Aucun risque de précipitation ou de dépôt n'est à prévoir.

L'analyse ICP montre que tous les éléments présents dans la saumure sont en dessous des seuils critiques. Cela confirme une excellente qualité de saumure, assurant la protection des membranes d'électrolyse et la stabilité du procédé. Un suivi régulier est recommandé pour maintenir cette conformité

III.2.3. RESULTAT ET DISCUSSION DE CHLORE LIQUIDE :

Tableau III.6: Résultats de chlore liquide

Paramètre analysé	Résultat obtenu	Interprétation
Chlorine content (Dry Gas)	> 99% v/v à l'état sec	Très haute pureté du gaz Cl ₂
Hydrogène (H ₂)	< 0.05% v/v à l'état sec	Présence résiduelle très faible
Chlore liquide (Cl ₂ liquide)	99.9%	Qualité très élevée du liquide
Water (H ₂ O)	20 ppm max (wt)	Humidité très faible, conforme

L'analyse révèle une pureté élevée du chlore gazeux à l'état sec avec un titre supérieur à 99 % v/v, ce qui atteste d'une production conforme aux exigences industrielles. De plus, la présence de gaz hydrogène (H₂) est strictement contrôlée, avec une teneur inférieure à 0,05 % v/v, ce qui est crucial du point de vue sécuritaire, car le dihydrogène est un gaz inflammable pouvant poser des risques en présence de chlore.

Ces mesures sont très probablement effectuées à l'aide de la chromatographie en phase gazeuse (CPG), utilisant une colonne à tamis moléculaires et un détecteur à conductivité thermique (TCD). Cette méthode permet de séparer et de quantifier simultanément les gaz H₂, Cl₂, et O₂.

CONCLUSION GENERALE

Ce projet de fin d'études a porté sur l'étude du **Chlore**, un composé halogéné dont les propriétés chimiques lui confèrent une place centrale dans l'industrie moderne. Utilisé notamment comme **agent de désinfection** et **matière première** dans la fabrication de nombreux produits chimiques, le chlore joue un rôle clé dans les activités industrielles de l'entreprise **Adwan**.

Nous avons tout d'abord rappelé l'importance du chlore, tant sur le plan **sanitaire** qu'**économique**, avant de détailler les différentes **techniques industrielles de sa fabrication**. L'accent a été mis sur le procédé **d'électrolyse membranaire**, utilisé par Adwan, qui permet une production efficace et contrôlée, à condition que les paramètres opératoires soient rigoureusement respectés.

L'analyse menée a permis de souligner l'impact significatif de certains composés indésirables, notamment les **ions Sulfate (SO_4^{2+})**, sur la **durée de vie et l'efficacité des membranes d'électrolyse**. Une attention particulière a été portée à la **qualité des saumures** utilisées ainsi qu'aux méthodes de **traitement et de contrôle** mises en place au sein de l'unité de production.

En conclusion, cette étude nous a permis de mieux comprendre les **contraintes techniques** liées à la production de chlore chez Adwan et de proposer des pistes d'optimisation visant à :

- Améliorer la **qualité du produit final**,
- Réduire les **risques de dégradation des équipements**,
- Renforcer l'**efficacité globale du procédé**.

Ce travail s'inscrit dans une démarche d'**amélioration continue**, essentielle pour maintenir la **compétitivité** de l'entreprise tout en respectant les **normes environnementales** et de **sécurité** en vigueur.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] J Aknin - Revue d'économie politique, 1981 – JSTOR.
- [2] Documents interne de l'entreprise.
- [3] Marouf, Abderrazak and Tremblin, Gérard. "PARTIE I SUBSTANCES D'ORIGINE VÉGÉTALE". Abrégé de biochimie appliquée: Nouvelle édition, Les Ulis: EDP Sciences, 2016, pp. 7-180. <https://doi.org/10.1051/978-2-7598-1908-9.c004>
- [4] LUCAS, Marie, and Lise BOITARD-CREPEAU. "Le Chlore."
- [5] Schmittinger, Peter, ed. Chlorine: principles and industrial practice. John Wiley & Sons, 2008.
- [6] Gao, Xiaoming, et al. "Systematic inherent safety and its implementation in chlorine liquefaction process." *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 65 (2020): 104133.
- [7] C. Winder "The toxicology of chlorine" *Environ Res*(2001).
- [8] Fauvarque, Jacqueline. "The chlorine industry." *Pure and applied chemistry* 68.9 (1996):1713-1720.
- [9] Z. Lu et al. Liquefaction of sawdust in 1-octanol using acidic ionic liquids as catalyst *Bioresour. Technol.* (2013).
- [10] R. DANDRES, *Le Chlore*, Institut National de Recherche et de sécurité (1971).
- [11] F. DELMAS. Production de chlore et de soude par le procédé à membrane échangeuse d'ions. *Journal de Physique IV Colloque*, 1994.
- [12] Jules Houtmeyers, *BelgoChlor c/o Fedichem*, livre blanc du chlore, (2004).
- [13] Gauthier Villars Masson et Cie, *La liquéfaction des gaz et ses applications*, (1917).
- [14] Mounir Bennajah Naoil Chaouni, *échangeur de chaleur technologie, calcul et design*, éditions TECHNIP, (2014).
- [15] DJEDDH Halima, *Procédé de fabrication d'hypochlorite de sodium et la caractérisation de produit*, (2018).
- [16] Jacques Dugua, Angelo Auttaviani, *L'unité Chlore-Soude à Membrane de Fos, L'actualité chimique*, (1994).
- [17] Jean Christophe Millet, *Chlore*, (2007).

[18] SALIHA GHERMOUCHE, CHERIFA RABIA, Les halogènes Chimie Minérale Descriptive Cours, Editions Al Djazair, (2013).

[19] <https://www.compagnie-des-sens.fr/chlorure-proprietes-bienfaits-et-conseils-d-utilisation/>

[20] <https://www.techno-science.net/glossaire-definition/Chlore-page-2.html>

[21] ABDELHAK N, KELLOUMA : Conception d'un système de comptage automatisé à l'usine FCI : Partie automatisation par API S7-1200mémoire de fin d'étude, Université Kasdi Merbah Ouargla (2016)

