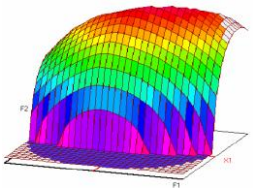


Master Sciences et Techniques CAC Agiq
Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion industrielle de la qualité

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Etude des paramètres influents sur le recyclage de l'EDTA par le plan Plackett et Burman

Présenté par:

DKHISSI Soukaina

Encadré par:

- **Mme. KHALESS Khaoula OCP**
- **Pr. IHSSANE Bouchaib FST Fès**

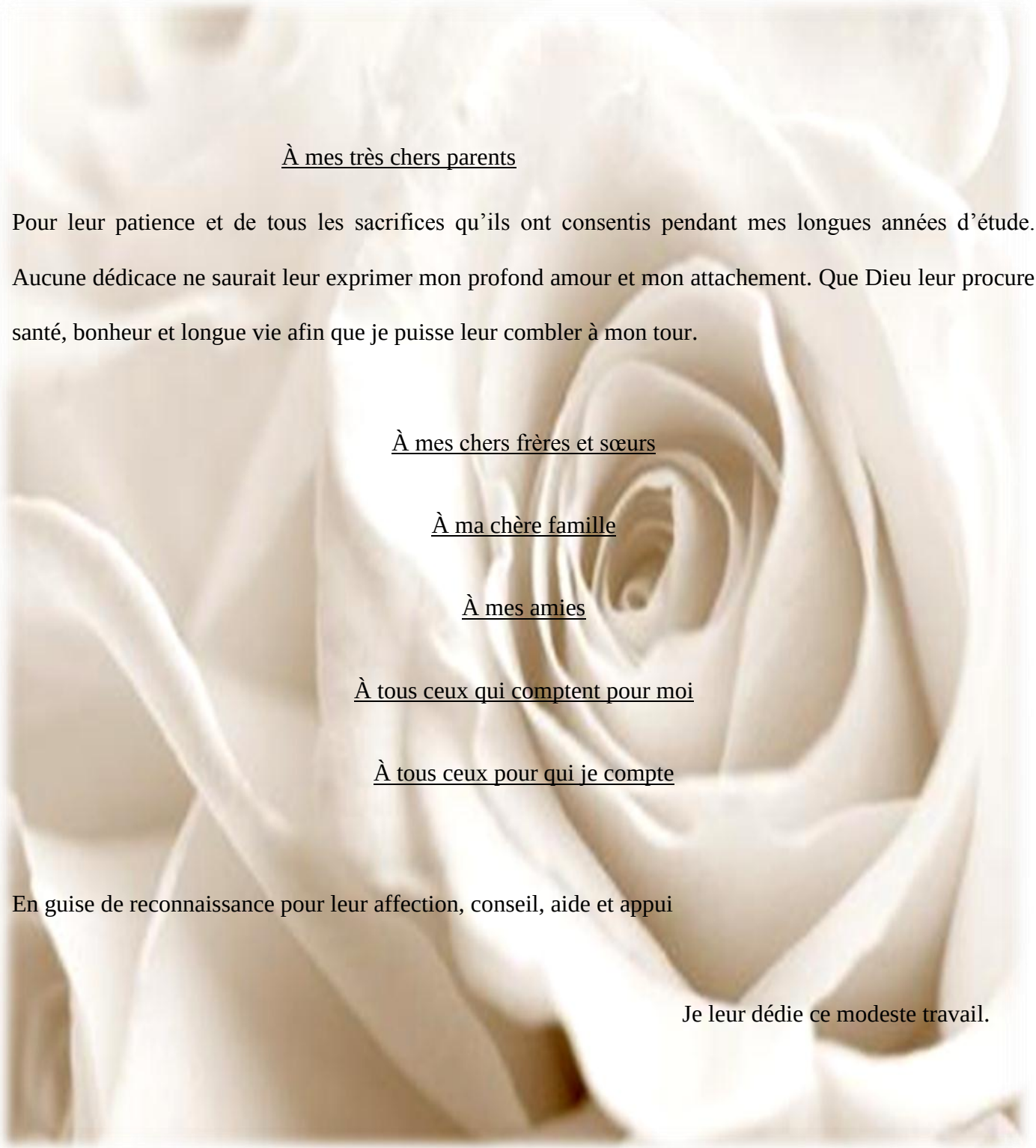
Soutenu Le 22 Juin 2015 devant le jury composé de:

- **Pr. B. IHSSANE**
- **Pr. T. SAFFAJ**
- **Pr. H. BALI**

Stage effectué à : L'Office Chérifien des Phosphate au sein de la Direction Recherche Développement jorf Lasfar

Année Universitaire : 2014-2015

Dédicaces



À mes très chers parents

Pour leur patience et de tous les sacrifices qu'ils ont consentis pendant mes longues années d'étude. Aucune dédicace ne saurait leur exprimer mon profond amour et mon attachement. Que Dieu leur procure santé, bonheur et longue vie afin que je puisse leur combler à mon tour.

À mes chers frères et sœurs

À ma chère famille

À mes amies

À tous ceux qui comptent pour moi

À tous ceux pour qui je compte

En guise de reconnaissance pour leur affection, conseil, aide et appui

Je leur dédie ce modeste travail.

REMERCIEMENT

Je tiens à exprimer mes vifs gratitude à mon encadrant interne Monsieur ***Bouchaib IHSSANE*** *qui me donne l'opportunité d'être au sein de L'OCP, et d'accomplir mon projet de fin d'étude, pour son aide précieuse, son dévouent à mon travail et ses précieuses recommandations.*

Au terme de ce travail réalisé je tiens à exprimer mes vifs remerciements à Madame ***khaoula KHALESS*** *qui m'a encadrée à la Direction R&D de L'OCP, pour ses orientations judicieuses, ma gratitude pour son aide et ses conseils tout au long de ce travail ;*

Je souhaite remercier vivement mon parrains Mr ***Said AMAL****pour ses conseils, ses soutien durant toute ma période de stage ;*

Il m'est honorable d'exprimer mes vifs remerciements aux mombres du jury pour avoir accepté de juger mon travail ;

Il est impossible de finir sans remercier mes chers parents, mes frères et mes sœurs et mes amis qui m'étaient toujours d'un soutien moral et matériel inqualifiable, qu'ils veillent croire à mon amour le plus sincère ;

En fin je remercie tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail.

Liste des figures

Figure 1 :Organigramme de Bloc JorfLasfar……..……4

Figure 2: la structure développée de l'EDTA disodique…….……..7

Figure 3 : les domaine d'utilisation de l'EDTA…….9

Figure 4 : le diagramme pH-métrique de dosage de l'EDTA par NaOH……10

Figure 5:Récupération de EDTA et précipitation des métaux ……..……12

Lourds d'après Di Palma

Figure 6: méthode de recyclage EDTA selon le brevet N°US 82876138[17]…….……..16

Figure 7 : La formule du problème……...…18

Figure8 : mise en œuvre d'un plan d'expérience…...…..……..19

Figure9 : Evolution des techniques de criblage…….……...21

Figure 10 : distribution de residus……..…28

Figure11 : Schéma explicative de mode opératoire……...……..….34

Figure12: changement de coloration pendant le dosage…….……..34

Figure 13:Effets Pareto individuels des paramètres ……...……...……41

qui influent sur le rendement

Figure 14 : Etude graphique des effets des facteurs…….……41

sur la réponse de rendement de EDTA

Figure 15:Etude graphique des effets totaux sur la réponse des essais ……...**41**

Liste des tableaux

Tableau 1. Facteurs et leurs niveaux réels et codés……..33

Tableau 2 : Plan d'expérimentation de criblage de traitement de solution……...33

Tableau 3 :rendement des solution modèles……..…...…..36

Tableau 4 : le concentration de l'EDTA libre ……..…....38

Tableau 5 : rendement de l'EDTA récupéré ……...……..39

Tableau 6: analyse de variance…….……..……...39

Tableau7 : les coefficients de corrélation…….....….39

Tableau 8 : Effets des coefficients du modèle qui relie la réponse aux facteurs……...40

Sommaire

Introduction générale ……1

Chapitre I : Etude bibliographique

I-Présentation générale du OCP……..……2

1. Présentations générales du groupe OCP……..……..…2
2. Présentations du pole chimie JORF LASFAR……..……..3
3. 3. Les filiales extérieures au sein de Jorf Lasfar……..……...4
4. Présentation de la direction recherche et développement……..…….5

II-généralité sur de l'EDTA…….……..……...7

1-présentation d'EDTA……...……..……...…7

2- Complexation avec les métaux lourds……...…….....7

3-Domaine d'utilisation …….…….……...…8

III-Diagramme de pH-métrique de l'EDTA…….....10

IV- Méthodes d'analyses…….....10

V- Méthode de récupération de EDTA……..…...11

VI- Méthodologie des plans d'expériences…….……..17

1- Introduction…….……..……17
2- Définition ……17
3- formule du problème…….....18
4- Objectif d'utilisation…….…18
5- types des plans d'expériences……..…….……19
6- Historique des plans de criblage……...……21
7- domaine d'utilisation……..……..23
8- Démarche pratique d'un plan d'expérience……..…23
9- Validation statistique du modèle postulé……..26
10- Généralité sur le logicie lNemrodw…….....……29

Chapitre II :Etude expérimentale et Résultats

I-préparation des solutions modèles …….……30

1- les réactifs……..……30
2- Matériels…….……30
3- Préparation de la solution d'EDTA……...…….30
4- préparation des solutions……..…..31

II-traitement de solution industriel ……...…32

1- Paramètres à étudier……..…….32

2- **Réponse de l'étude……...32**

3- Matrice d'expériences……..……..33

4- Mode d'opératoire…….…….34

III- méthode d'analyse……..35

IV- Résultats ……36

1- solution modèle…….……36

2- Solution industrielle…….……38

2.1 . Concentrations de l'EDTA…….....…….38

2.2. La validation statistique du modèle…….……39

2.3. Etude des effets des facteurs…….……..…...40

2.4 .Interprétations……..…….……..42

2.5. Modèle postule……..42

Conclusion et perspective…….……...…43

Référence bibliographique…….…….....44

Introduction générale

L‟intérêt que je porte à la qualité et aux nouvelles techniques de la chimiométrie, m‟a permis d‟optimisation du rendement d‟EDTA recyclé au sein de la Direction Recherche et Développement située au groupe chérifien des phosphates de Jorf lasfar, mon entreprise d‟accueil. Cette direction occupe une position lourde et très importante dans le domaine de la recherche scientifique.

Ethylène Diamine Tétra Acétique (EDTA) est un agent chélateur largement utilisé dans l'industrie et l'agriculture.

Au niveau de l‟OCP, EDTA est utilisé pour des applications industrielles notamment pour le nettoyage des installations afin d‟éviter la formation de précipité, pour extraire un métal d‟un système, car il génère des déchets solides et liquides qui représente un grave problème écologique parce qu‟il a une résistance chimique et biologique biodégradé. Pour cela j‟ai effectué ce stage dans le but de recycler la solution d‟EDTA de nettoyage afin d‟améliorer le rendement récupéré et réduire le coût d‟exploitation.

Afin d'atteindre cet objectif, nous avons procédé par l'application des techniques statistiques telles que les plans d'expérience pour rendre cette amélioration de plus en plus accessible. Ces méthodes, qui permettent l'expérimentation dans un nombre minimal d'expériences, donnent la possibilité de faire un criblage des facteurs, du plus influant au moins influant, et permettent aussi d‟optimiser les conditions opératoires afin d'atteindre le meilleur résultat possible. Le plan de notre travail a été effectué comme suit ;

- Optimisation des conditions opératoires principales pour le recyclage ;
- Détermination des facteurs qui peuvent influent sur le rendement ;
- Application le plan d‟expérience afin d‟obtenir l‟effet de chaque facteur sur le rendement de EDTA ;
- Réalisation des essais à l‟échelle laboratoire

Chapitre I

Etude bibliographique

I-Présentation générale de l'OCP

1. Présentation du groupe OCP :

L'office chérifien des phosphate fut crée en 7 août 1920 par dahir, Il a commencé l'extraction et la commercialisation de Phosphates depuis 1920, Par ailleurs, il a fallu attendre jusqu'à 1965 pour que la valorisation des phosphates débute avec la création de Maroc Chimie à Safi.

A partir de 1973, la stratégie de l'O.C.P. va s'orienter vers l'augmentation de la capacité de valorisation. Il a procédé à la construction progressive des unités de valorisation et de transformation chimique à Maroc Phosphore I et II de Safi et à Maroc Phosphore III et VI de Jorf- lasfar.

L'OCP a commencé une très large industrialisation avec son activité et a crée des usines pour les dérivées du phosphates (acide phosphorique 29%, 54% ; acide phosphorique purifié, fertilisant (DAP, MAP, TSP, NPK) etc.…), ce qui constituera le noyau du groupe OCP.

Le Maroc étant le premier exportateur d'acide phosphorique, obtient une part de 30 % environ dans le marché mondial.

Les principaux gisements ouverts par l'OCP sont :

-Le Gisement d'OuladAbdoun à Khouribga avec 44%.
-Le Gisement de Gantour à Youssoufia et Benguérir avec 36%.
-Le Gisement de Meskala à chichaoua avec 19% non exploité.
-Le gisement de Boucraâ avec 1%.

Actuellement l'O.C.P. participe à la richesse économique couvrant 20 % d'exportation marocaine (en valeur). Ses parts du marché international sont de l'ordre de :

-Phosphate brute 40 % (1er Exportateur mondial)
-Acide phosphorique 43 % (1er Exportateur mondial)
-Engrais solides 12 %(3éme Exportateur mondial)

Le GROUPE O.C.P est le premier exportateur à l'échelle mondial du phosphate sous toutes ses formes avec 27% de part du marché en 2003.

La majeure partie de la production (95%) est destinée à l'étranger, soit sous forme de minerai ou traitée.

2. Présentations du pole chimie JORF LASFAR :

Situé sur le littoral atlantique, à **20** km au sud-ouest d'El Jadida, le complexe industriel de JORF LASFAR a démarré sa production en 1986. Cette nouvelle unité a permis au Groupe **OCP** de doubler sa capacité de valorisation des phosphates. Le site a été choisi pour ses multiples avantages : proximité des zones minières, existence d'un port profond, disponibilité de grandes réserves d'eau et présence des terrains pour les extensions futures.

Cet ensemble, qui s'étend sur **1700** hectares, permet de produire chaque année 2 millions de tonnes de $\mathbf{P_2O_5}$ sous forme d'acide phosphorique, nécessitant la transformation de :

- 7,7 millions de tonnes de phosphate extraits des gisements de Khouribga,
- 2 millions de tonnes de soufre
- 0,5 million de tonnes d'ammoniac.

Les besoins en énergie du complexe sont satisfaits par une centrale de 111 MW utilisant la chaleur de récupération.

Une partie de la production est transformée localement en **engrais :**

- **DAP (**diammoniom de phosphate**)**
- **MAP (**monoammoniom de phosphate)
- **NPK(**nitrate phosphate potasse)
- **TSP** (triple super phosphate)

Ainsi qu'en acide phosphorique purifié. L'autre partie est exportée sous forme **d'acidephosphorique** marchand.

Le figure ci-dessous représente les different atelier dans Jorf Lasfar

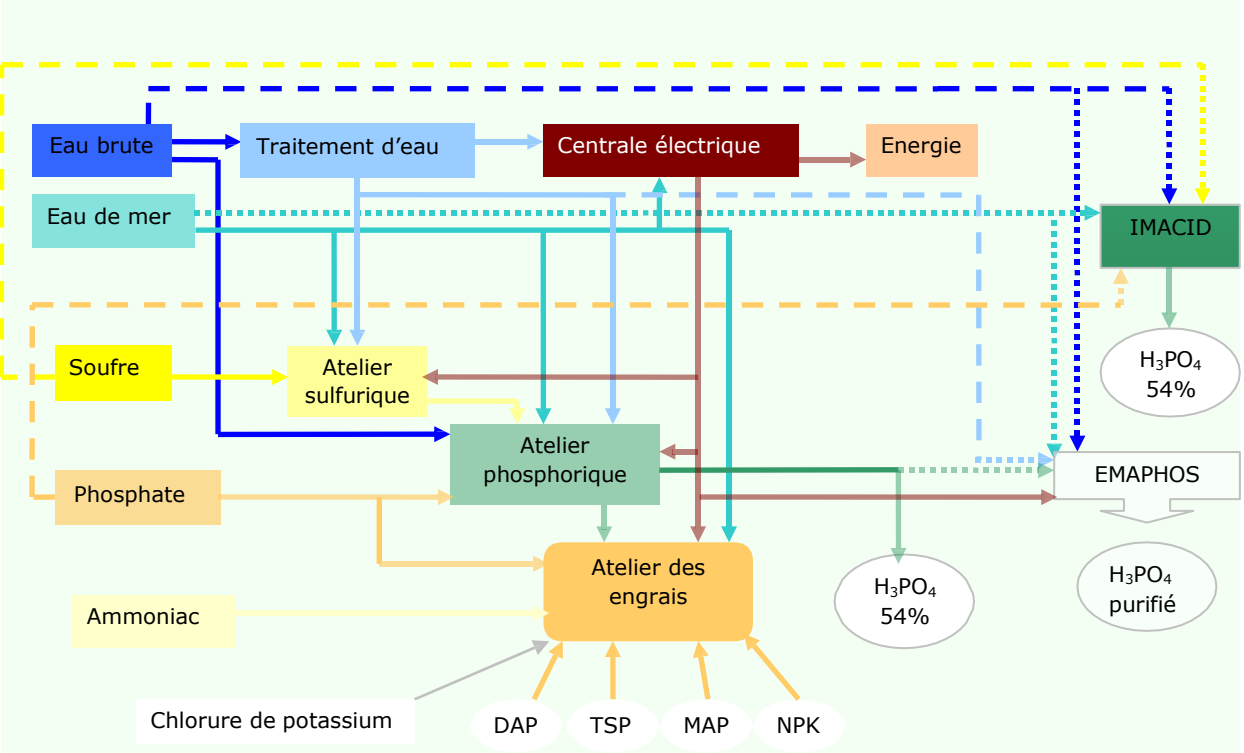


Figure 1 : Organigramme de Bloc Jorf lasfar

3. Les filiales extérieures au sein de Jorf Lasfar

L'OCP a réalisé des partenariats avec des sociétés étrangères

- **Emaphos**

Emaphos Euro-Maroc-Phosphore est une filiale dont les capitaux sont détenus en trois parts égales par l'O.C.P., PRAYON (Belgique) et par la C.F.B.A (La Chemische Fabrik Budenheim Allemagne). Emaphos, sur le site marocain de Jorf Lasfar, produit environ tonnes d'acide phosphorique par an.

- **Imacid**

Indo-Maroc Phosphore (Imacid) est créée par l'OCP et la société Chambal Fertilizers and Chemicals Ltd du Groupe Birla (Inde) et constitue une usine d'acide phosphorique dont la capacité de production annuelle a été portée à 370.000 tonnes de P_2O_5. Un tel volume nécessite 1,2 million de tonnes de phosphate de Khouribga et 330.000 tonnes de soufre. En mars 2005, un troisième actionnaire fut introduit dans le capital d'Imacid, Tata Chemicals Ltd, filiale du Groupe Indien Tata. La totalité de la production d'Imacid en acide phosphorique est destinée à ces deux actionnaires indiens.

- **Pakphos**

« Pakistan Maroc Phosphore » est un partenariat entre l‟OCP et Fauji Fertilizer Bin Qasim Limited (Pakistan). La Capacité de production est de 375.000 tonnes d‟acide phosphorique.

- **Bunge**

Joint venture entre l‟OCP et une société brésilienne. Capacité de production : 375.000 tonnes d‟acide phosphorique

4. Présentation de la direction recherche et développement

La direction R&D compte plusieurs unités de recherche, ainsi que des entités supports et logistiques. Elle réalise des travaux de recherche sur des thématiques liées à toute la chaîne de valeur du phosphate ainsi que sur des thèmes transverses (eau, environnement, corrosion,…).

Les unités de R&D de cette direction sont :

a) Unité R&D „Minéralurgie et Traitement des Phosphates‟

Son activité principale consiste à :

- Réaliser des essais concernant l‟étude et la mise au point des différentes étapes du traitement de minerai (lavage, séchage, broyage, flottation et calcination).
- Améliorer les performances des unités de traitement.

b) Unité R&D 'Acide et Procédés et technologie de Séparation'

Elle mène des études et des recherches dans le domaine de la valorisation chimique des phosphates et de la fabrication des acides phosphorique et sulfurique. Elle traite également des procédés et technologie de séparation (Filtration, Membranes,…).

c) Unité R&D 'Fertilisants'

Elle s‟occupe du développement de procédés de fabrication de différentes qualités d‟engrais et de l‟amélioration de leurs caractéristiques physico-chimiques.

d) Unité R&D 'Eau, Environnement, Energie'

Ses principales activités consistent à l‟accompagnement des partenaires exploitants, au niveau des sites miniers et chimiques, dans l‟évaluation environnementale, l‟optimisation des consommations d‟eau et d‟engrais,…

e) Unité R&D 'Modélisation & Simulation'

Son activité principale concerne les travaux de recherche liés à la simulation et la modélisation relatives aux processus de valorisation des phosphates.

f) Unité de Recherche Documentaire, et cellule Veille Scientifique & technologique

Elle permet de suivre des actualités concernant le phosphate et les nouvelles technologies afin d‟enrichir la base et de répondre aux besoins des chercheurs en matière d‟information et de documentation.

g) Unité R&D 'Matériaux et Corrosion'

Elle procède à toute étude et recherche relatives aux comportements d‟équipements et d‟installation dans tous les milieux a caractères corrosifs et/ou abrasifs. Elle apporte conseil, soutien et assistance technique aux industries concernées par les problèmes de corrosion et la tenue des matériaux.

II- Généralité sur l'EDTA

1-Présentation d'EDTA

L'Ethylène Diamine TetraAcetique (EDTA) ou acide aminopolycarboxylique est un solide incolore soluble dans l'eau. Sa base conjuguée est nommée éthylène diamine tétraacétate. Il est largement utilisé pour dissoudre le calcaire. Son utilité se pose en raison de son rôle en tant qu'un chélateur hexadentate capable de combiner stoechiométriquement presque avec tous les métaux dans le tableau périodique [1]. Après la complexation les ions métalliques restent en solution mais présentent une réactivité réduite. EDTA est produit sous forme de plusieurs sels, notamment l'EDTA disodique et l'EDTA disodique de calcium.

Le schéma ci –dissous de EDTA disodique.[2]

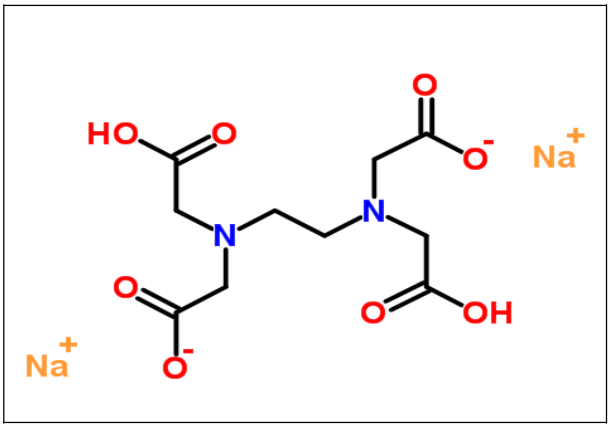


Figure 2: la structure développée de l'EDTA disodique

2- Complexation avec les métaux lourds

La **chélation** est un processus physico-chimique au cours duquel est formé un complexe, le chélate, entre un ligand, dit chélateur, et un cation métallique.

Il existe des chélatants faibles, qui forment des complexes labiles et instables, et des chélatants forts, tel que l'EDTA, qui peut former des complexes extrêmement stables et inertes.

L'EDTA est présent dans le milieu aquatique sous forme de complexe de métaux lourds. L'EDTA ferreux est transformé en métabolites facilement dégradables par photolyse.

Les complexes les plus fréquents dans les eaux de surface sont le Fe-EDTA, le NI-EDTA, le Zn-EDTA et le Ca-EDTA. Le Fe-EDTA est la seule forme d‟EDTA transformée en

Métabolites dégradables). Il s‟agit d‟un processus significatif d‟élimination de l‟EDTA dans le milieu. L‟EDTA est insuffisamment éliminé par les techniques de filtration de rive, d‟adsorption au charbon actif, d‟ozonisation (traitement à l‟ozone) ou de chloration de l‟eau potable.[3]

Soit un mélange de deux solutions qui contient un cation divalent M^{2+} de concentration initiale $[M^{2+}]_0$, et un ligand Y^{4-} (**EDTA**) de concentration initiale $[Y^{4-}]_0$; nous aurons une réaction qui prend la forme suivante:

$$Y^{4-} + M^{2+} \longrightarrow MY^{2-} \qquad \textit{Eq. 1}$$

3-Domaine d'utilisation

L‟EDTA est un agent chélatant utilisé dans plusieurs procédés industriels et qui entre dans la formulation de nombreux produits [4]. Selon la Commission Européenne, (2004a), les produits de nettoyage industriel (produits pour sociétés de nettoyage professionnel, produits pour traitement de dégraissage par techniques aqueuses détergentes,…) représentent 31 % des usages de l‟EDTA et ses sels en 1999.

Selon cette même source, ces substances sont également beaucoup utilisées en tant que composant de produits destinés à l‟agriculture pour 17 % des usages, dans l‟industrie papetière pour 12 % des usages, dans les produits ménagers (les détergents pour 8 % des usages par exemple : liquides de nettoyage de la vaisselle et dans des cosmétiques (écran solaire,…) pour 3 % des usages. Chacun de ces principaux usages est repris ci-après au sein d‟un paragraphe spécifique qui identifie au cas par cas le rôle précis de l‟EDTA.[5]

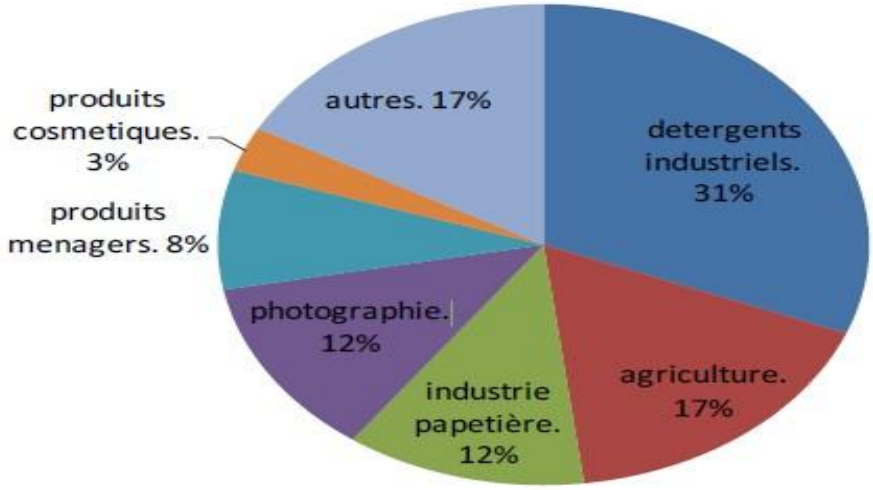


Figure 3 : les domaines d‟utilisation de l‟EDTA

a- Détergents industriels

L‟EDTA entre dans la composition des détergents industriels pour prévenir la précipitation du calcium, du magnésium et des métaux lourds pour éviter qu‟ils sédimentent et s‟incrustent dans les outils de production et instruments d‟analyses [6].

b- Secteur d'agriculture

Des complexes d‟EDTA et de métaux sont ajoutés dans les fertilisants pour compenser un manque dans les sols agricoles.

Les chélates de fer d‟EDTA sont utilisés pour prévenir et corriger la chlorose ferrique en sol acide et en culture hydroponique. Il existe également des produits composés de chélates variés tels que des mélanges d‟oligo-éléments chélates avec de l‟EDTA et d‟autres plus spécifiques : Ca-EDTA, Cu-EDTA, Mg-EDTA, Mn-EDTA, Zn-EDTA et Fe-EDTA pour prévenir et corriger respectivement la carence en Ca, Cu, Mg, Mn, Zn et Fe.[7]

c- Produits ménagers

L‟EDTA est utilisé dans les produits pour l‟hygiène corporelle, les savons, les produits vaisselles, les lessives et les produits d‟entretiens ménagers : les détergents et les savons de lavage à sec (Commission Européenne, 2004a). Il est utilisé en tant qu‟agent lavant, nettoyant, désinfectant et anticalcaire. [8]

d- Cosmétiques

L'EDTA est utilisé pour réduire la production d'odeur non désirable et la décoloration des produits cosmétiques dues à l'oxydation de composés oléfines, réaction catalysée par le métal. Il est également utilisé pour prévenir des allergies au nickel et au chrome [8] !.

III- Diagramme de pH-métrique de l'EDTA

Le sel disodique de EDTA peut être dosé par une solution d'hydroxyde de sodium l'EDTA noté Y^{4-} est un ligand hexadantate qui forme des complexes stables avec beaucoup de cations métalliques[9]

Il constitue l'une des formes acido-basiques. Dans la pratique, il est souvent utilisé sous la forme de son sel disodique Na_2H_2Y. Ses propriétés acides sont dosées par une solution de NaOH. Le titrage est suivi par pH-métrique donnant le diagramme de la figure suivant **:**

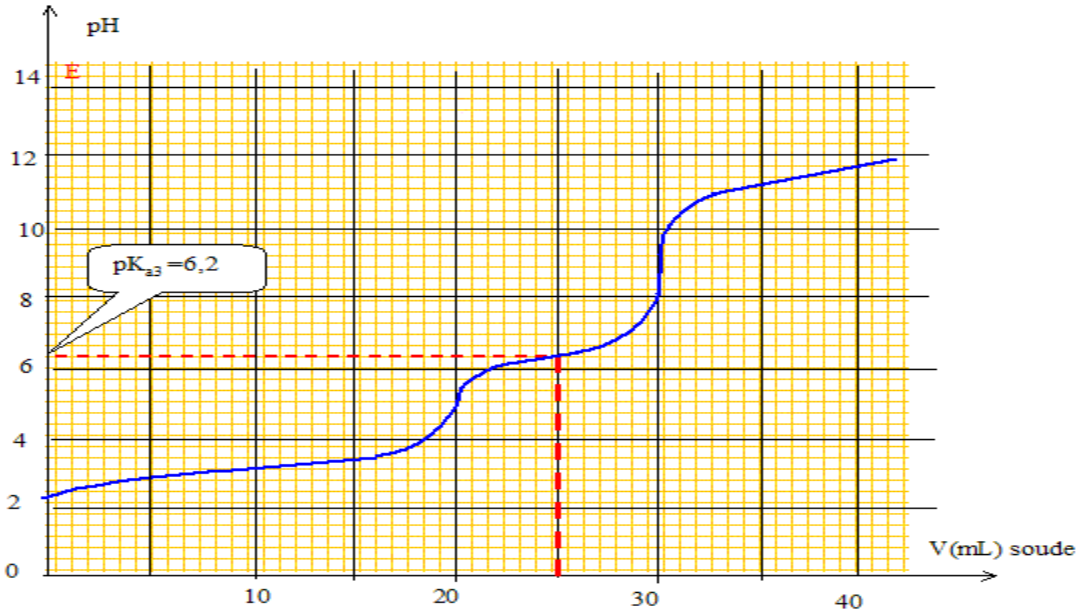


Figure 4: le diagramme pH-métrique de dosage de l'EDTA par NaOH

IV-Méthodes d'analyse de l'EDTA

Dans la littérature, il existe plusieurs méthodes pour analyser l'EDTA, on peut citer comme exemple:

- analyse par spectrophotométrie [10].
- chromatographie en phase liquide à haute performance [11].
- chromatographie en phase gazeuse couplée à une spectrométrie de masse
- désorption ionisation sur silicium-spectrométrie de masse [12]

- la méthode de dosage volumétrique.

IV- Méthode de récupération d'EDTA

1. Méthode récupération de l'EDTA utilisé dans le sol

Une étude a été réalisée par Di Palma et al. [13] montre la possibilité de recycler l'‟EDTA et la précipitation des métaux à partir des solutions de rinçage du sol contaminées par des métaux. Le mode opératoire donné par l'‟auteur propose d'‟analyser un échantillon de 100 g de sol contaminé qui est placé dans une colonne de verre de laine d'‟une manière à délivrer une distribution uniforme du liquide. La solution de rinçage a été introduite dans la colonne à partir du haut au moyen d'une pompe péristaltique et récupérée en bas.

La récupération de l'EDTA a été effectuée en deux étapes. Une étape d'évaporation préliminaire a été effectuée à réduire le volume des solutions et l'‟acidification de la solution.

- **Etape d'évaporation**

Chaque solution extraite a été concentrée au moyen d'une évaporation (100 ml de solution) en utilisant un rota-vapeur, la pression de fonctionnement et la température était de 40 mbar et 45 ◦C respectivement. L'évaporation est arrêtée lorsque le volume de distillat atteint 75% du volume de solution initiale.

- **Etape de Précipitation des métaux**

Deux méthodes de précipitation différents existent et qu'‟ont été testés dans le présent document, à savoir méthodes I et II.

Procédé I

La première méthode [13] est caractérisée par l'‟ajoute des ions ferriques sous forme de chlorure ferrique. Ce sel a abaissé le pH de la solution, qui a été agitée pendant 2h pour assurer la réaction complète.

$$\mathbf{Me\text{-}EDTA + Fe^{3+} \longrightarrow Fe\text{-}EDTA + Me^{2+}}$$

Avec Me^{2+} est le cation extrait (soit Cu ou Pb).

- Le métal a été précipité à un pH entre 4 et 5 sous forme de phosphate de Cu ou Pb, par l'ajout de phosphate de sodium (Na_2HPO_4).selon la réaction suivante :

$$Me^{2+} + Na_2HPO_4 \longrightarrow 2Na^{+} + MeHPO_4$$

- l'addition d'hydroxyde de sodium jusqu'au pH 13 conduit à la formation d'un précipité de fer selon la réaction suivante :

$$Fe - EDTA + NaOH \longrightarrow Na_2EDTA + Fe(OH)_3$$

- La filtration de l'hydroxyde de fer formé et la récupération de Na_2EDTA

Le schéma de la figure 5 résume les étapes précédentes de la méthode de récupération de l'EDTA :

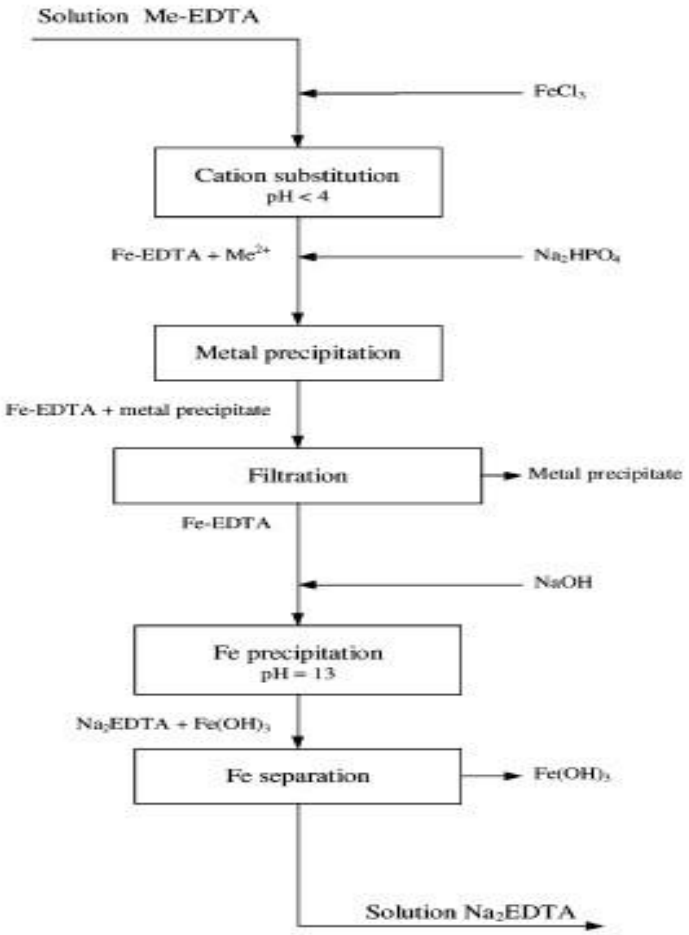


Figure 5:Récupération de l'EDTA et précipitation des métaux lourds d'après Di Palma et al

Procédé II

- Le second procédé de précipitation [14] consiste à acidifier la solution par l‟addition d‟une quantité de l'acide sulfurique nécessaire pour abaisser le pH à 3.
- Les ions de fer ont été ajoutés sous forme de sulfate ferreux puis la solution a été agitée pendant 2 h pour assurer une réaction complète.
- l'addition d'hydroxyde de sodium jusqu‟ au pH 10 pour précipiter du Pb tandis que la précipitation de Cu est produite à un pH de 12.
- En fin la récupération de l‟EDTA disodique.

Le schéma de la figure 6 ci-dessous représente les étapes de ce procédé :

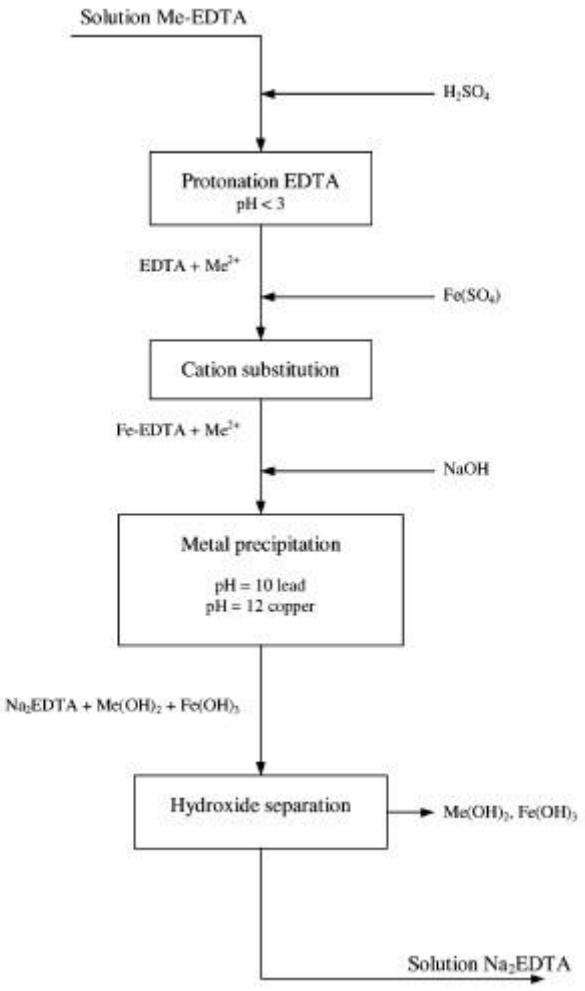


Figure 5 : Récupération de EDTA et précipitation des métaux lourd d‟après Di Palma et all.

3- Méthode récupération de l'EDTA de solution du sol contamine.

Cette étude a été réalisée par T.T. Lim et al. [15] pour extraire des métaux lourds par l'acide EDTA à partir d'un sol contaminé par l'intégration des processus de régénération de l'EDTA et de précipitation de métal dans la chaîne de traitement. Trois métaux lourds divalent sont été étudiés, à savoir, Pb, Cd et Ni.

La partie pratique de cette étude était de rechercher l'utilisation optimale de l'EDTA frais dans l'élimination de ces métaux lourds du sol contaminé et la deuxième partie de cette étude a été consacrée à la régénération de l'EDTA selon les processus séquentiels suivant:

a. la déstabilisation de complexe par l'addition d'ion ferrique (Fe (III)) pour libérer Pb, Cd et Ni ;
b. la précipitation des métaux sous forme de phosphate de Pb, Ni ou Cd par l'ajout de phosphate de sodium (Na_2HPO_4) ;
c. la précipitation de Fe (III) après l'ajout de NaOH ;
d. Finalement, on obtient EDTA pour réutiliser une autre fois.

Les variables de processus sont des doses de Fe (III) et PO4 (3), le pH et temps de réaction. Cette étude a révélé qu'on a besoin de 2heures pour la réaction de déstabilisation des complexes et la réaction de précipitation au phosphate de métal.
Le processus optimisé de cette étude a pu donner un total de 95%, 89% et 90% de l'extrait de Pb, Cd et Ni respectivement et un taux de 84% de l'EDTA récupéré.

3-Méthode récupération d'EDTA dans une solution

Une étude a été réalisée par O. Gylien [16] afin de récupérer l'EDTA à partir d'une solution contenant des ions métalliques. Dans cette étude, on a la formation de Cu_2-EDTA. Les ions Cu(II) sont éliminés par électrolyse ou par précipitation de l'oxalate de la solution acide [17].

Les étapes de recyclage

- Expériences de précipitations ont été effectuées par addition solution de $CuSO_4$ à la solution de l'EDTA (solution modèle).
- Le pH a été ajusté avec une solution de H_2SO_4 (1M)
- On fait le montage électrochimique pour éliminer le cuivre

- Puis le cuivre a été éliminé et séché à 80 ◦C.
- La récupération d'EDTA (95%)

Les quantités d'EDTA et Cu (II) dans des solutions ont été déterminées par des procédés d‟analyses chimiques classiques.

L‟EDTA dans la solution est déterminée par deux méthodes indépendantes:

- par titrage avec de Bi (III) ;
- oxydation dans des solutions alcalines avec $KMnO_4$.

4- Recyclage de l'EDTA utilisé pour le traitement des catalyseurs dihydro-traitemenet

Le brevet [18] N°US8287618 présente un procède de récupération des métaux lourds tels que Mo, Co, Ni, et Al existants dans un catalyseur d‟hydrotraitement usés ,les étapes du procédé comprennent le déshuilage, de décokage, le lavage, la dissolution, le traitement de l'agent complexant, un traitement acide et extraction par solvant .

Ce procède comprend également une partie de récupération de l‟EDTA avec une grand pureté en vue d‟une réutilisation selon les étapes suivant :pH

- complexation des ions Mo, Ni, Co, Al, V par EDTA à une température de 60C° et pH varie entre 9 et 1 . Dans cette étape, on utilise la vibration ultrasonore pendant 6h.
- filtration sur papier filtre pour séparer le résidu Al_2O_3 et la solution aqueuse contient de Mo, Ni, Co et Al complexés avec l‟EDTA.
- L‟addition de l‟acide nitrique pour acidifier la solution jusqu‟au pH soit égale à 1,5 afin de produire une solution aqueuse de Ni, Co, Al, Mo et EDTA.
- Séparation des métaux Ni, Co, Al, Mo par l‟extraction par solvant à différentes valeurs de pH.

La figure 6 résume les étapes de récupération

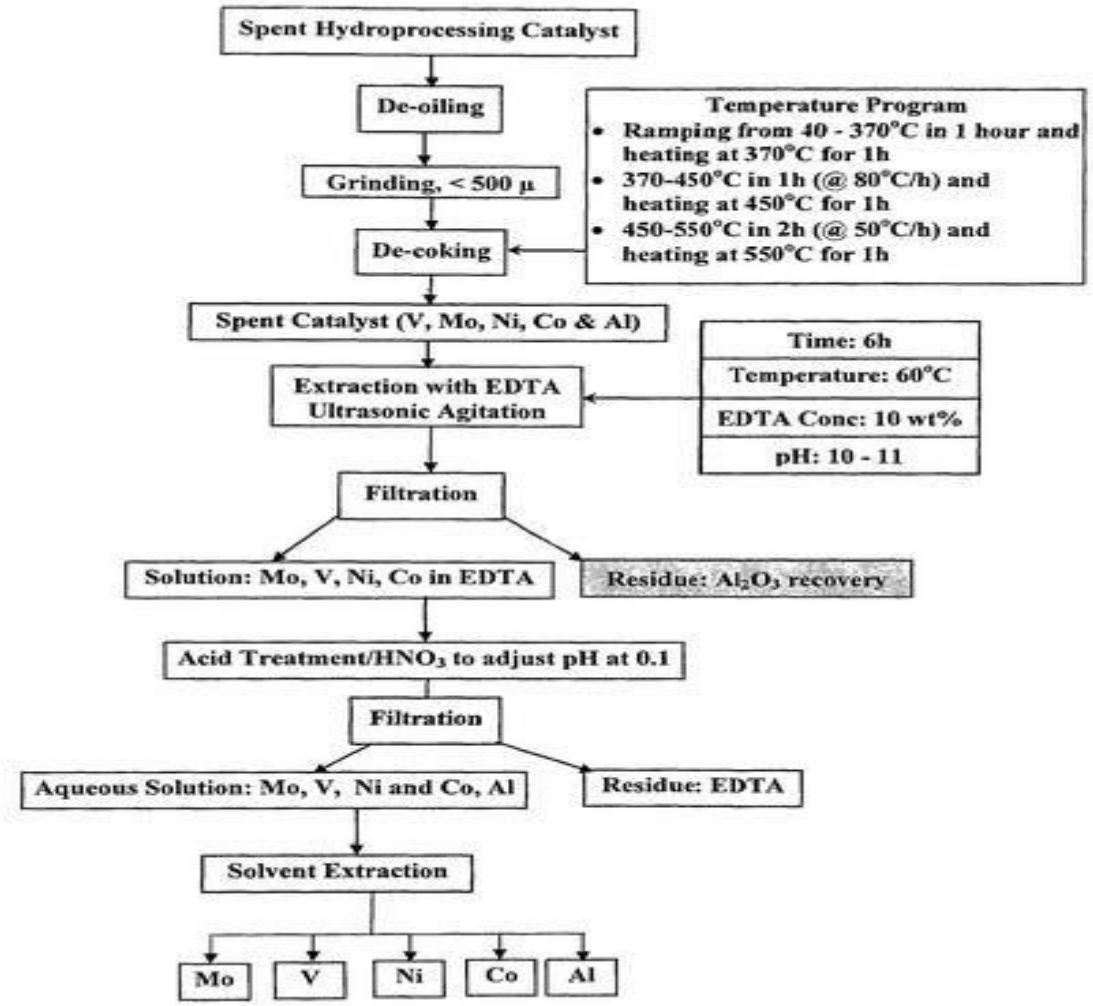


Figure 6 : méthode de recyclage EDTA selon le brevet N°US 82876138[17]

V- Méthodologie des plans d'expériences

1- Introduction

Cette étude a été réalisée à l'échelle laboratoire en utilisant des solutions modèles et industrielles. Et ceci en appliquant la méthodologie de plan d'expérience notamment le plan du plackett et burman (criblage) afin d'organiser et de réduire le nombre essais, et d'étudier l'influence de chaque facteur sur le rendement de l'EDTA recyclé dans ce travail

2- Définition des plans d'expériences

Le plan d'expérience est une méthode statistique correspond à une série d'essais définies à partir d'une stratégie optimale permettant la prédiction d'une réponses avec le minimum des erreurs et le minimum d'essais sur la base d'un modèle postulé. Selon la Norme ISO 3534 [19]: planification d'expériences afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique.

La méthodologie des plans d'expériences se base sur le fait qu'une expérience convenable organisée, conduira fréquemment à une analyse et à une interprétation statistique relative simple des résultats.

Les plans d'expériences consistent à sélectionner et ordonner les essais afin d'identifier, à moindres coûts, les effets des paramètres sur la réponse du produit. Il s'agit de méthodes statistiques faisant appel à des notions mathématiques simples. La mise en œuvre de ces méthodes comporte trois étapes :

1. Postuler un modèle de comportement du système (avec des coefficients pouvant être inconnus) ;
2. Définir un plan d'expériences, c'est-à-dire une série d'essais permettant d'identifier les coefficients du modèle ;
3. Faire les essais, identifier les coefficients et conclure.

Si l'analyse du problème conduit à une stratégie de construction d'un plan d'expérience alors, l'expérimentateur a accès à deux familles de plan :les plan pour l'étude des facteurs (plans de criblage..) et les plans pour la modélisation des surfaces de réponses (plan d'optimisation) qui dépendront d'un modèle empirique postulé à priori.

3-Formulation du problème

L'étude d'un phénomène peut, le plus souvent, être schématisé de la manière suivante : on s'intéresse à une grandeur Y, que nous appellerons par la suite réponse qui dépend d'un grand nombre de variables X_1, X_2, X_3…., X_n que nous appelons par des facteurs [20]

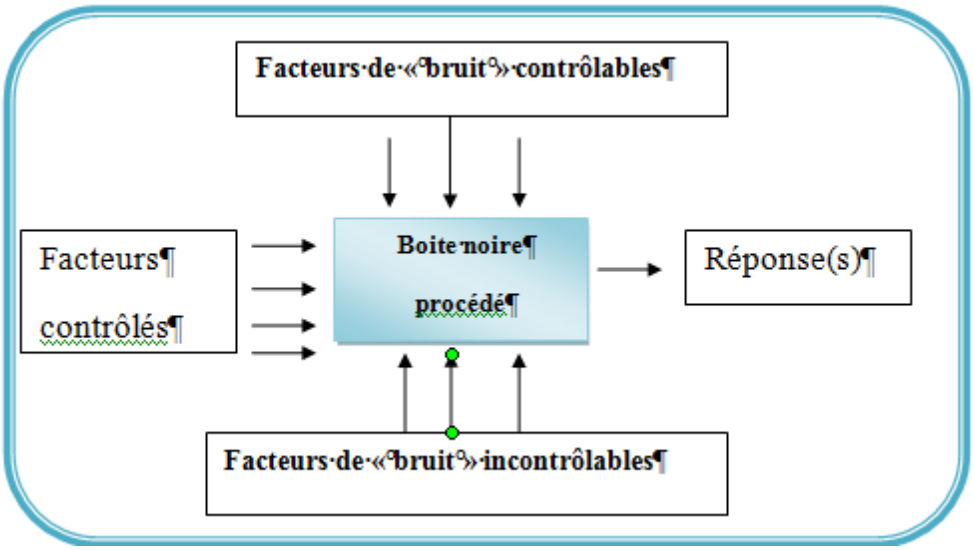


Figure 7: La formulation du problème

4-Objectif d'utilisation

Les progrès des sciences et de la technologie sont étroitement liés aux réponses que l'homme a pu apporter aux interrogations que lui pose régulièrement la nature. Ces réponses résultent le plus souvent d'une analyse des observations expérimentales obtenues par une approche méthodologique rigoureuse. Nous pouvons donc dire que, sans expérimentation physique ou numérique, il n'y a pas de solution.

L'expérimentation est parmi les moyens privilégiés pour acquérir ou améliorer les connaissances [21]. L'objectif des plans d'expériences est donc d'obtenir des informations les plus fiables possibles avec minimum d'essais en réduisant l'erreur des essais. Elle vise :

- une diminution notable du nombre, du temps et du coût des essais.
- L'augmentation du nombre des facteurs étudiés ou de leurs niveaux.
- Le réglage facile des paramètres d'un procédé.
- Une prise en compte d'éventuelles interactions entre facteurs.
- Une recherche de la réponse optimale.

- Une modélisation simple des résultats.
- Une bonne précision dans la détermination des résultats.

Le schéma ci–dessous résume la stratégie de plan d‟expérience

Figure 8: mise en œuvre d‟un plan d‟expérience

5-Types des plans d'expériences

Il existe plusieurs types des plans d‟expériences, on peut citer:

- **Plan de mélange :**

Ce type de plan nous permet de connaître si une ou plusieurs propriétés dépendent de la proportion de chaque constituant dans le mélange étudié.

La démarche générale des plans de mélange consiste à traduire la variation d'une réponse en fonction des constituants du mélange par la relation

$$Y= f(X_i)$$

avec

X_i =1 et i varie entre 1 et

k (le nombre total de facteurs) **[22].**

- **Plans factoriels complets :**

Ce sont les plus utilisés car les plus simples et les plus rapides à mettre en œuvre. Ces plans permettent l'étude de k facteurs à raison de deux niveaux (-1, +1) par facteur. Ils renferment

toutes les combinaisons possibles des k facteurs à leurs deux niveaux. Le principe consiste alors à répartir de façon optimale les essais dans le domaine expérimental.

Pour étudier k facteurs, sur la base des plans factoriels à deux niveaux, il faut réaliser 2^k essais, d'où le nom de plans 2^k donné à cette famille de plans.

La matrice des essais comporte k colonnes et 2^k lignes. Elle se construit de la façon suivante :

-colonne du 1er facteur : alternance de -1 et +1.

- colonne du 2éme facteur : alternance de -1 et +1 de 2 en 2

-colonne du 3éme facteur : alternance de -1 et +1 de 4 en 4

- **Les plans en surface de réponse**

Un grand nombre de problèmes industriels se pose souvent spontanément en terme d‟optimisation. En effet, on associe à la recherche d‟une performance donnée, la minimisation des coûts.

L‟objectif visé [23] lors d‟une étude de surface de réponse peut être de différentes natures :

- ✓ Optimiser (maximiser/minimiser) une ou plusieurs variables de réponse,
- ✓ Trouver un compromis satisfaisant entre plusieurs variables de réponse,
- ✓ Construire une cartographie de la variation d‟une réponse dans un plan, comme ce
- ✓ Sera le cas pour nous,
- ✓ Rechercher dans quelles proportions on peut mélanger des constituants Préalablement choisis

Cette recherche passe par l‟utilisation d‟un modèle mathématique empirique pour représenter chaque réponse dans le domaine expérimental. Le modèle polynomial retenu est soit du premier degré soit du second degré. Ces plans utilisent au minimum 3 niveaux pour les facteurs expérimentaux. Parmi les plans proposés :

- plans centrés composites.
- plans de Box-Benhken,
- plan de Doelhert

On rappelle que l‟étude des plans en surfaces de réponse est associées à l‟utilisation de modèle empirique de degré 2 qui s‟écrivent sous la forme générale suivante [24] :

$$\hat{y}_i = b_0 + \sum_{i=1}^{k} b_i x_i + \sum_{i=1}^{k} b_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^{k} b_{ij} x_i x_j$$

Avec Y : la réponse étudie.

X_i : les facteurs (i :1…., k) ;

b : le coefficient de chaque facteur (i : 1…., k).

- **Plan de criblage :**

Il est conçu pour déterminer les facteurs les plus importants affectant une variable de réponse. Les facteurs peuvent être quantitatifs ou qualitatifs à deux niveaux uniquement [25].

L‟équation de modèle postule de plan de criblage est :

$$y = b0 + \sum_{i=1}^{k} bi * Xi$$

6-Historique des plans de criblage

On peut représenter l‟évolution des méthodes de plan d‟expériences pour l‟étude des effets des facteurs (études de criblage) par la figure suivante [22]:

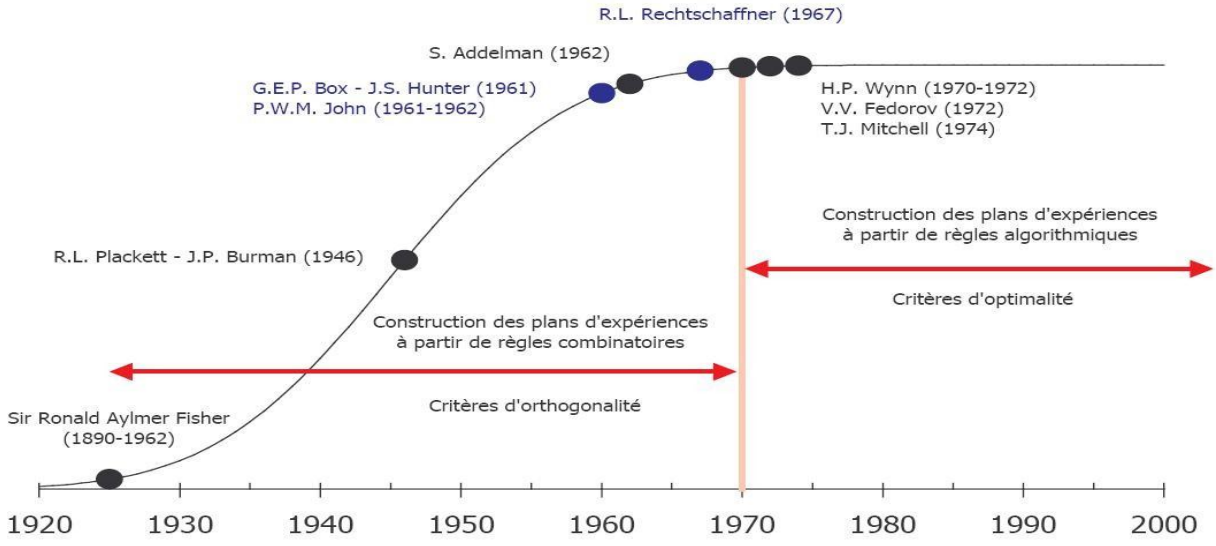


Figure9 : Evolution des techniques de criblage

a- Plan de Plackett et Burman

A propos d'un processus ou d‟un phénomène, les premiers problèmes auxquels les plans d‟expériences peuvent apporter de l'information sont ceux de criblage des paramètres. Une étude de criblage peut être définie comme une étape permettant de repérer rapidement, dans un grand nombre (k) de facteurs, ceux qui sont effectivement influents sur un processus dans un domaine expérimental fixé. Cette étude permettra de déterminer le "poids" de chaque niveau de chaque facteur, pour ensuite les classer par ordre d‟importance.

Les matrices d'expériences de criblage les plus connues sont les matrices d‟Hadamard pour lesquelles le nombre de simulations est proche du nombre de facteurs étudiés.
Ces plans sont des matrices à colonnes orthogonales composées uniquement des valeurs +1 ou -1 et pour laquelle la matrice d'information X‟X est telle que :

$$X'X = NI_n$$

avec, I_n : matrice identité.

X : la matrice des faceurs

Ces plans sont le plus souvent saturés et le modèle mathématique est un modèle sans interactions.[26]

Ce plan est basé sur :

- des matrices d‟Hadamard (orthogonales sans être de taille 2p). Tailles : 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28, 32, 36.(multiplication de quatre) Générées par permutation circulaire d‟un vecteur initial.
- Nombre d‟essais intermédiaire avec les plans factoriels 2p.
- Modèle mathématique sans interactions :
-

$$\mathbf{y = a_0 + \sum a_i x_i}$$

avec i:1……, k

Le plan de Plackett et Burman est un plan factoriel fractionné, et l‟effet principal d'une telle conception peut être simplement calculé comme la différence entre la moyenne des mesures effectuées au niveau haut (+1) du facteur et la moyenne des mesures effectuées au niveau bas

(-1). Cela permet la détermination de l'effet de chaque facteur. Un grand contraste coefficient positif ou négatif indique qu'un facteur a un grand impact sur la réponse; tandis qu'un coefficient proche de zéro signifie qu'un facteur a peu ou n‟a pas d‟effet.[26]

7-Domaine d'utilisation

Ils interviennent dans de nombreux domaines industriels. On peut notamment citer :

- Industries chimiques, pétrochimiques et pharmaceutiques
- Industries mécaniques et automobiles
- Industries métallurgiques

8- Démarche pratique d'un plan d'expérience

8.1-Définir le problème

Définir le problème, c‟est le poser clairement en précisant de quoi il s‟agit, et en quoi le sujet proposé est un problème. Pour cela, il est recommandé de faire appel à la méthode du QQCOQP qui consiste à répondre aux questions suivantes [28].

Q : En Quoi consiste le problème ?
Q : Qui est gêné par le problème ? Qui est le demandeur de l‟étude ?
C : Combien de cas ? Combien ça coûte ?
O : Où cela se passe-t-il ?
Q : Quand cela arrive-t-il ?
P : Pourquoi est-ce un problème ?

8.2-Objectif

Pour formuler le plus clairement possible les objectifs visés, il est conseillé d‟écrire une phrase courte et précise définissant clairement le but visé. De manière générale, les deux objectifs principaux visés sont :

- « Débroussailler », c‟est-à-dire faire le tri parmi l‟ensemble des variables d‟entrées susceptibles d‟influencer les variables de sortie et les hiérarchiser. Ce sera le cas s‟il

existe un grand nombre de variables d‟entrées. Il peut s‟agir d‟une première étape conduisant à mener d‟autres analyses pour avoir plus de précision sur le réglage de ces variables influentes.

- « Prévoir », c‟est-à-dire estimer avec suffisamment de précision l‟effet de l‟ensemble des variables d‟entrées influentes, de façon à pouvoir modéliser de manière assez fiable, la valeur de la variable de sortie que l‟on obtiendrait pour l‟ensemble des combinaisons des variables d‟entrées[24].

- Il est également indispensable de recenser les contraintes de l‟étude comme le nombre d‟essais maximum qu‟il sera possible de réaliser et les ressources disponibles.

8.3-Réponse

La réponse Y (variable de sortie) correspond à un paramètre de sortie du système étudié. Une réponse doit être représentative, quantifiable et la moins dispersée possible pour des variables d‟entrées maîtrisées et constantes. Pour appliquer la méthodologie des plans d‟expériences, il est conseillé d‟avoir une réponse exprimée sous forme quantitative. En effet, les méthodes d‟analyses des résultats d‟essais telles que l‟analyse de variance ou l‟analyse de régression au sens des moindres carrés, s‟appuient sur des données exclusivement quantitatives. Par ailleurs, les réponses qualitatives comme, par exemple, la morphologie d‟un dépôt (lisse, poreux…etc.) qui n‟est pas un critère quantitatif, pourront s‟interpréter à partir d‟un codage spécifique des modalités des réponses

8.4-Facteurs

Un paramètre d‟entrée d‟un système (variable d‟entrée) est appelé facteur X. Ce facteur est une cause possible de variation de la réponse Y. Le choix d‟un facteur se fait souvent en plusieurs phases : une phase de recensement faisant appel à la créativité du groupe, une phase de classement et une phase de sélection où les modalités des facteurs devant être étudiés de façon prioritaire seront définies.

Après avoir déterminé le nombre k de facteurs principaux d‟un système, il faut maintenant décider, pour chaque facteur, quelles valeurs ils sont susceptibles de prendre durant l‟expérimentation. Deux cas sont à considérer selon la nature de ces facteurs : facteurs qualitatifs ou quantitatifs.

- Facteurs qualitatifs

Un facteur qualitatif prend ou on lui attribue des modalités (mi) qui sont soit non numériques (couleurs, descriptions, …), soit numériques et discrètes (appréciations, dosage d‟une poudre,…). Le nombre et le choix des modalités d‟un facteur qualitatif sont laissés à

l‟expérimentateur. Ces facteurs sont destinés à l‟étude des effets qui s‟effectue lorsqu‟il y a nécessité de faire un choix (à cause des limites économiques) entre les différents facteurs. Il faudra donc justifier le nombre et le choix des modalités en fonction des besoins d‟information recherchée en termes d‟effet des facteurs

- Facteurs quantitatifs

Un facteur quantitatif prend des valeurs continues ou discrètes appelées niveaux. Le choix du nombre de niveaux et la valeur prise Ui par chaque facteur à chacun des niveaux est défini par le plan d‟expériences choisi et l‟étendue de ces facteurs. L‟étendue de variation de ces facteurs est matérialisée à partir de deux limites U_{min} et U_{max} à l‟intérieur desquelles on définira les niveaux Ui imposés par le plan d‟expériences. Il est important de s‟informer sur la difficulté de réglage de ces facteurs dans les plages données et intéressant de savoir s‟il est possible de faire des expériences en dehors du domaine expérimental.

8.5-Choix de plan d’expérience

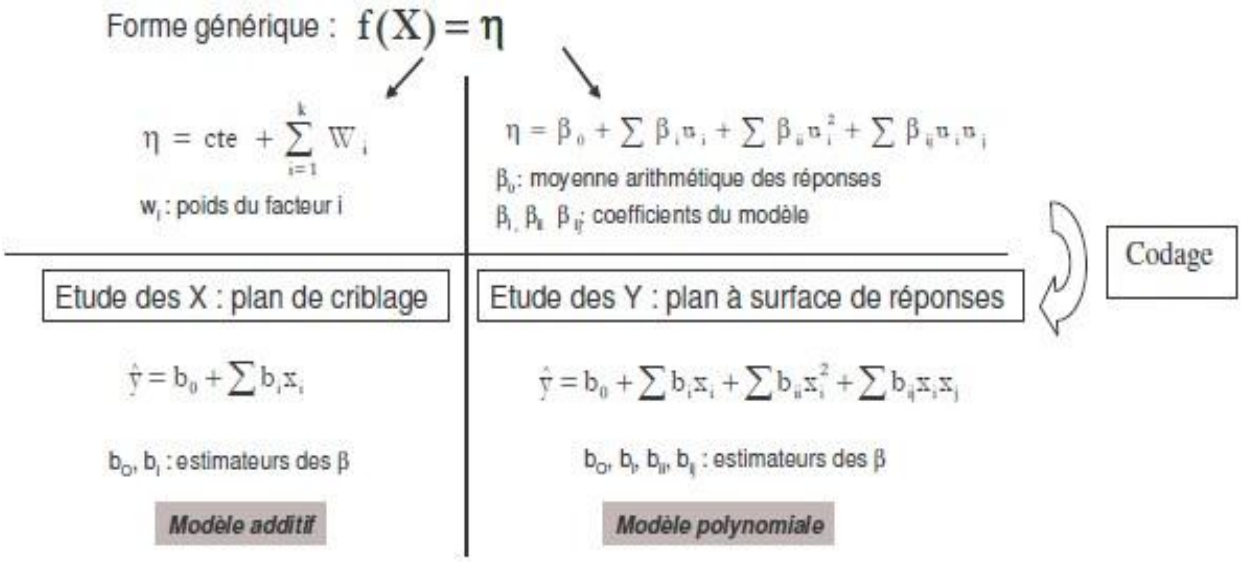
Les plans d‟expériences ont pour but d‟apporter le maximum d‟informations avec un minimum d‟expériences. La méthodologie des plans d‟expériences consiste à fabriquer un modèle approximatif qui apportera des éléments d‟informations à l‟expérimentateur encore appelé « modèle empirique »[30].

Pour cela, le choix du plan d‟expériences à mettre en œuvre dépend du problème posé.

8.6-Choix de modèle

Pour l‟ensemble des points constituant le domaine expérimental, nous voulons connaître la valeur de la réponse étudiée. Mais, pour des contraintes de coût, de temps, nous ne pouvons pas réaliser des expériences en tout point du domaine expérimental. C‟est pourquoi, nous allons utiliser un modèle empirique, qui nous permettra d‟avoir cette information en réalisant un minimum d‟expériences [29]. Ce modèle est de la forme générale :

f(facteurs) = Réponses



Ces fonctions polynomiales contiennent p coefficients (b_0, b_1, b_2…etc.) qu‟il faudra estimer grâce à l‟analyse des résultats d‟essais. La nature et la qualité du modèle dépendent donc de ce que l‟on souhaite établir comme relation entre les réponses et les facteurs.

9-Validation statistique du modèle postulé

9.1-Analyse de la variance.

L‟analyse de la variance (ANOVA) est un outil qui permet de déterminer le degré de confiance de nos résultats. Elle consiste à comparer la somme des carrés des écarts, due uniquement à la régression (modèle « V_{reg} »), avec la somme des carrés des résidus (modèle « V_{res} »). Cette analyse constitue un test statistique (test de Fisher- Snedecor) et elle fournit les réponses aux deux questions suivantes :

- Est-ce que le modèle nous apporte quelque chose ? La régression est elle significative ? Explique-t-elle en grande partie les variations observées de yi ? C‟est le test de signification globale de la régression que nous appellerons le test de validation 1.
- Est-ce que le modèle représente bien le phénomène ? Si oui, le modèle introduit un biais acceptable. Sinon, il convient d‟en chercher un autre. La première validation concerne donc l‟analyse des résidus du modèle. Nous appellerons cette étape, le test de validation 2

-

On définit alors trois types de variations :

✓ La variation due à la liaison linéaire :

SCE_L : « somme des carrés des écarts dues à la liaison »

$$SCE_L = \sum_i^n (\hat{y}_i - \bar{y}_i)^2$$

✓ La variation résiduelle

SCE_R : « somme des carrés des écarts des résidus »

$$SCE_R = \sum_i^n (y_i - \hat{y}_i)^2$$

✓ Somme totale des carrés des écarts

$$SCE_T = SCE_L + SCE_R$$

On définit de plus un « carré moyen : CM » qui est le quotient d‟une somme de carrés des écarts par son degré de liberté : SCE_L aura (p-1) degrés de liberté (p est le nombre de coefficient estimés à partir du modèle) ; SCE_R aura (n-p) degrés de libertés (n est le nombre d‟expériences réalisées) ; SCE_T aura (n-1) degré de liberté.

Le test statistique (ANOVA 1) se présente comme suit :

❖ Hypothèse H_0 : « les deux sommes des carrés des écarts sont de même grandeur » ce qui prouve que la régression n‟est pas significative.

❖ Hypothèse H_1 : « la somme des carrés des écarts dû à la régression est significativement plus grande que la somme des carrés des écarts dû aux résidus » donc la régression est globalement significative.

Alors, la règle du test pour un risque α choisi est :

- Si $V_{reg} \approx V_{res}$ on accepte l‟hypothèse H_0 ; $p > \alpha$
- Si $V_{reg} > V_{res}$ on accepte l‟hypothèse H_1 ; $p < \alpha$

Avec :

p : le risque d‟erreur en acceptant H_1

α : le risque maximum choisi à priori

L‟analyse de la variance (ANOVA 2) consiste aussi à comparer l‟existence éventuelle d‟un défaut d‟ajustement, c'est-à-dire comparer la variance due à l‟erreur du modèle (V_{LOF}) à la variation due à l‟erreur pure (V_{PE}).

Le test se présente comme suit :

- Hypothèse H_0 : $V_{LOF}=V_{PE}$ (le modèle ne présente pas un défaut d‟ajustement, il est prédictif)
- Hypothèse H_1 : $V_{LOF}>V_{PE}$ (le modèle présente un défaut d‟ajustement, il n‟est pas prédictif).

Alors la règle du test pour un risque α choisi est :

- Si $V_{LOF}\approx V_{PE}$, on accepte l‟hypothèse H_0. $p>\alpha$.
- Si $V_{LOF}>V_{PE}$, on accepte l‟hypothèse H_1. $p<\alpha$.

9.1-Coefficient de détermination R^2

Le coefficient de détermination de la régression multiple au carré, mesure la quantité de la variation autour de la moyenne expliquée par le modèle, il est égal à :

$$R^2 = 1 - \left(\frac{SCER}{SCET}\right)$$

Le coefficient de détermination ne peut prendre que des valeurs comprises entre 0 et 1

9.3-Examen de résidus

Résidus: les points doivent se distribuer de façon aléatoire autour de la droite Y = 0.

Si les résidus se distribuent suivant (a) ou (b), cela signifie que dans le cas:

- ✓ (a) l'hypothèse d'homogénéité des variances n'est pas remplie
- ✓ (b) il manque un terme quadratique dans le modèle ($Y = a + bx + cx^2$)

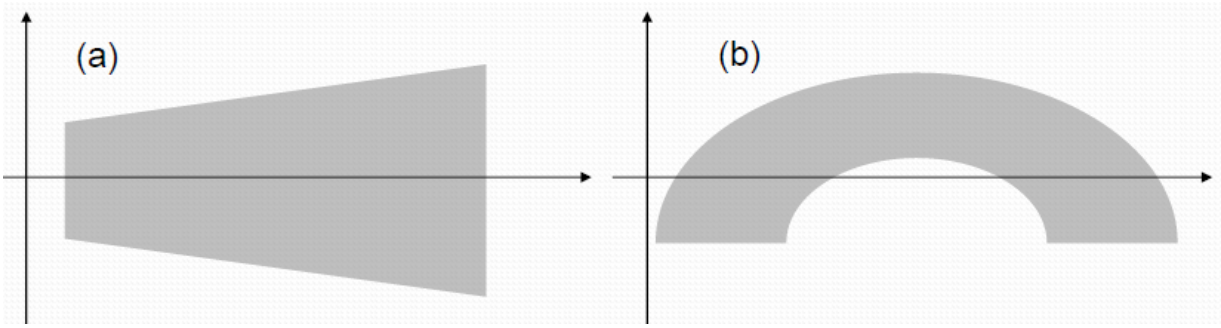


Figure 10 : distribution de résidus

9.5-Signification des facteurs

Le teste statistique qui permettent de dire si, compte tenu de cet incertitude, un facteur est ou non significativement différent de zéro c‟est le test de student selon la relation suivante :

$$t = \frac{ai}{Si}$$

Avec

a_i : Effet de facteur i.

S_i : Ecart type d‟effet.

On compare la valeur de t_{cal} avec fractile t_{crt} donné par la table de t-Student

si : $\mathbf{t_{cal} < t_{crt}}$, on déclare que l‟effet est non significatif

10-Généralité sur le logiciel Nemrodw

Comme tous les logiciel très spécialisé, Nemrodw présente l‟avantage d‟être rapidement utilisable pour traiter une étude menée à l‟aide d‟un plan d‟expériences et très convivial. Ses points forts sont de plus les plans d‟expériences pour mélanges ainsi que les sorties graphiques très claires. Il constitue une aide à la conception des stratégies optimales, il permet la construction des plans d‟expériences et d‟analyses des résultats des expériences. Ce logiciel s‟adapte à tous les problèmes qui entrainent des recherches scientifiques ou des études industrielles. Pour le traitement des plans d‟expériences, le logiciel Nemrodw met des outils d‟analyses et des indicateurs statistiques spécifiques de l‟objectif poursuivi. C‟est un outil qui permet de construire un large éventail des matrices d‟expériences optimales par :

- La génération d‟un rapport au format RTF (teste, graphiques, tableaux).
- L‟importation des données (tableurs, traitement de texte) ou exportation (tableaux, graphiques au format BMP)

Chapitre II

Etude expérimentale et Résultats

I. Préparation des solutions modèles

1-Les réactifs

Les produits utilisés dans ces expériences sont :

- Ethylène diamine tetraacetique(99%) ;
- Chlorure de Calcium $CaCl_2$(99.5% : MERCK) ;

Oxyde de magnésium MgO ;

- Ammonium fer II sulfate hexahydrate (99% : trade mark);

Oxyde d‟aluminium Al_2O_3(MERCK) ;

- Carbonate de calcium $CaCO_3$(98.5% : Scharlau) ;
- L‟indicateur colore Noir eriochrome T ;
- Acide chlorydrique(37% : Fournit par l‟OCP) ;
- Hydroxyde de sodium NaOH (poudre : fournit par SNEP) ;

Acide sulfurique H_2SO_4(5N) ;

- Dipotassuim hydrogenophosphate K_2HPO_4(99% : PANREAC).

2-Matériels

Les essais de traitement de solution de lavage et des solutions modèles ont été réalisés à l‟échelle laboratoire en utilisant les matériels suivant :

- pH-métrique ;
- Balance ;
- Etuve pour sécher les solide ;
- Moteur agitateur pour homogénation du mélange ;
- Matériel courant de laboratoire.

3-Préparation de la solution d’EDTA

Dans notre travail, la solution de l‟EDTA est avec une concentration massique 3g/l (C= 0,01 mol/L) et un pH=5.3.

4-Préparation des solutions

- Solution de Ca-EDTA : on ajoute une quantité de 0.2 g de $CaCl_2$, $2H_2O$ + 500 ml de la solution d'EDTA de concentration 3g /l après l'agitation de mélange on diminue le pH de la solution jusqu'au pH =3 par l'addition d'acide sulfurique H_2SO_4 5mol/l pour libérer le calcium qui déjà complexe avec l'EDTA qui précipitera sous forme d'un solide cristallin blanc est $CaSO_4$:

$$\textbf{Ca-EDTA + } \mathbf{H_2SO_4} \longrightarrow \mathbf{Na_2EDTA + CaSO_4}$$

- Solution de Fe-EDTA : on ajoute une quantité de 0.25g d'Ammonium ferII sulfate hexa hydraté Fe(NH4)2(SO4) dans 500 ml de solution d'EDTA, on fait la même chose, agitation de solution pendant 2 heure pour assurer la dissociation complète de fer, puis on ajoute hydroxyde de sodium (5mol/l) jusqu'au pH=13 ,qui conduit à la formation du précipité du fer par la réaction suivante :

$$\textbf{Fe-EDTA + 2 NaOH} \longrightarrow \mathbf{Na_2EDTA + Fe(OH)_2}$$

Puis la filtration d'hydroxyde de fer formé et la récupération de Na_2EDTA

- Solution de Mg-EDTA : on dissout 0.05g d'oxyde de magnésium MgO dans 500 ml de la solution d'EDTA, on l'ajoute V=17ml de H2SO4 afin d'obtenir un pH acide 2 et 0,1g de K_2HPO_4, puis le précipité est forme on fait la filtration

- Solution de Al-EDTA : on ajoute une quantité de 0.03g de l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) dans la solution d'EDTA 500 ml , à une température de 60°C, et l'agitation pendante de 6 heure et le pH varie entre 8 et 9pace que ces condition est nécessaire pour la complexation d'aluminium et EDTA , pour augmenter le pH à 12 on ajoute V=13ml de NaOH afin de précipiter $Al(OH)_2$ selon la réaction suivante :

$$\textbf{Al-EDTA + 2NaOH} \longrightarrow \mathbf{Na_2EDTA + Al(OH)}$$

II-Traitement de la solution industrielle

1- Paramètres à étudier

Le choix des facteurs et leurs niveaux de variations a été effectué en tenant compte des limites expérimentales du fonctionnement, et en considérant les données de la littérature sur les conditions de précipitation des métaux lourd. Les facteurs qui peuvent être influent sont :

- pH
- Température : Afin de tester ce paramètre, deux températures de chauffage sont utilisées 25°C et 50°C.
- Le temps d‟agitation : L‟agitation mécanique des métaux dans le solvant, qui permet leur maintien en suspension et l‟homogénéisation du milieu, a un effet toujours favorable sur l‟opération.
- La masse de K_2HPO_4 : il ya des métaux qui ont de précipite sous forme hydrogène-phosphate
- Temps de précipite: Suivant la cinétique de la réaction, la précipitation des métaux demande un temps plus ou moins long. Nous fixons ce paramètre à une valeur de 5 heures et 24heure.

2. Réponse de l’étude

La réponse étudiée est le rendement de l‟EDTA récupéré. Qui se traduit par l'expression:

$$R\ (\%) = \frac{C_{m_f}}{C_{n_i}} \times 100$$

Avec :

C_{mf} : concentration massique finale d‟EDTA recyclé.

C_{mi} : concentration massique initiale d‟EDTA

R : rendement en (%).

A l‟aide de logiciel Nemrodw nous avons pu diminuer le nombre des essais par fixation des facteurs. Les différents facteurs de notre procédé de récupération ainsi que leur domaine de variation sont présentés dans le tableau ci-dessus.

Tableau 1. Facteurs et leurs niveaux réels et codés

facteurs	symbole	Unité	Niveau -1	Niveau +1
pH	X_1	-	2	13
Température de chauffage	X_2	°C	25	50
temps d'agitation	X_3	min	30	120
la masse de K_2HPO_4	X_4	g	0.05	1
Temps de précipite des métaux	X_5	heure	5	24

3. Matrice d'expériences

Puisque nous avons 5 facteurs, le plan d'expérience est une matrice de 8 expériences. Et le tableau ci-dessous contient des données qui représentent l‟ensemble des expériences à réaliser. Chaque ligne d‟un plan d‟expérimentation représente les conditions expérimentales d‟une expérience.

Tableau 2 : Plan d‟expérimentation de criblage de traitement de solution

N° essais	**pH**	**Température**	**Agitation**	**K_2HPO_4**	**Temps**
1	13	50	120	0,05	24
2	2	50	120	1	5
3	2	25	120	1	24
4	13	25	30	1	24
5	2	50	30	0,05	24
6	13	25	120	0,05	5
7	13	50	30	1	5
8	2	25	30	0,05	5

4-Mode d'opératoire

Pour la solution industrielle, nous avons proposé le protocole ci-dessous :

a-Milieu acide

- Prélever 100 ml de la solution d"EDTA contaminé par les impuretés provenant des installations industriels ;
- Ajouter de l"acide sulfurique pour obtenir le milieu acide de pH=2
- Agiter le mélange pour homogéniser la solution ;
- Chauffer la solution à une température de 50°C ;
- Ajouter le dipotassuimhydrogenophosphate K_2HPO_4 ;
- Filter le mélange par un papier filtre pour séparer le filtrat des métaux précipités ;
- Sécher le filtrat et peser le produit final.

b-Milieu basique

- Ajouter de la NaOH dans la solution jusqu"à pH=13 en agitant le mélange ;
- Chauffer la solution à une température de 50°C
- Ajouter le dipotassuim hydrogenophosphate K_2HPO_4 ;
- Sécher le filtrat et peser le produit final.

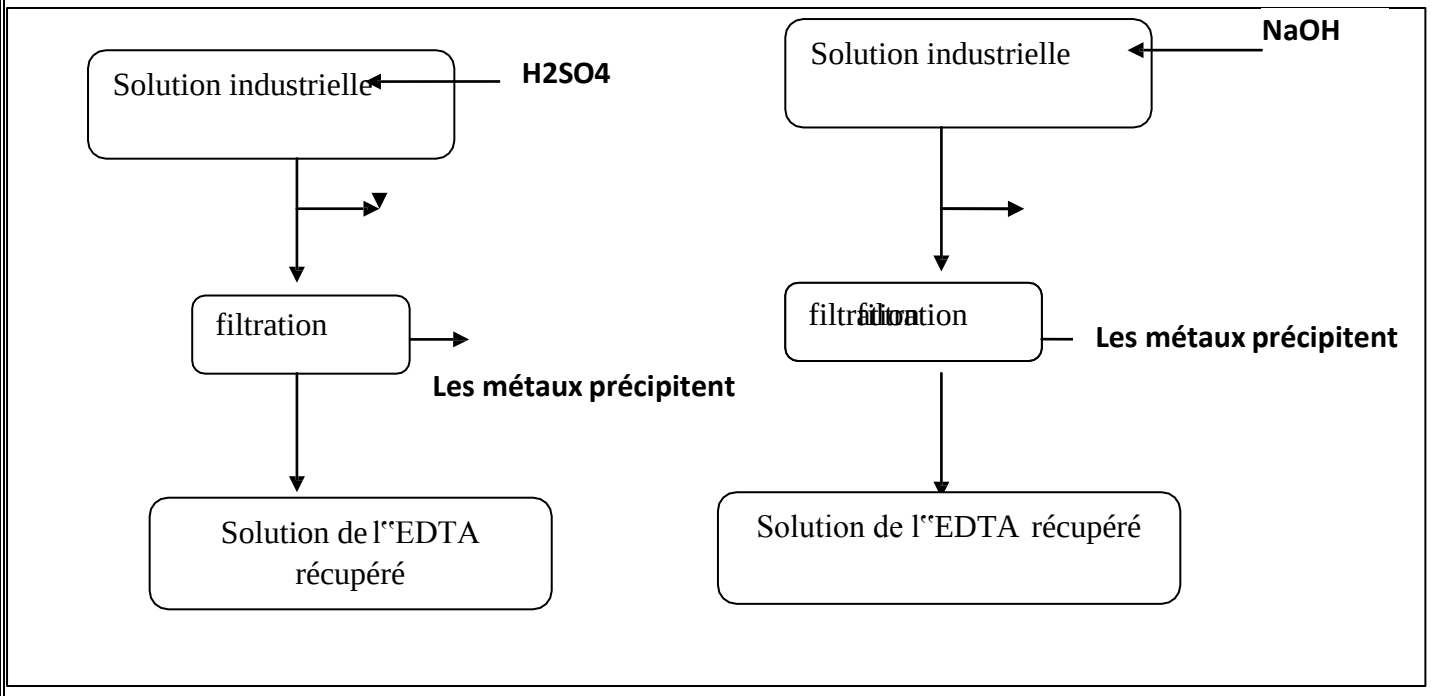


Figure 11 : schéma représente le protocole de récupération en milieu acide et basique a et b

III- Méthode d'analyse

La concentration libre d"EDTA dans la solution après traitement a été effectuée selon les étapes suivantes :

- Préparer la solution de titrage de $CaCO_3$ (0.02mol /l) par la dissociation de 1g de $CaCO_3$ pur dans 4ml de HCl (2N).
- Mettre 50 ml de la solution à titrer à l"aide d"une fiole jaugée de 50 ml. Les verser dans un bécher (prise d"essai) ;
- Ajouter 5 ml de solution tampon de pH=10 dans la prise d"essai (ils seront mesurés à l"aide d"une éprouvette graduée) ;
- Ajouter une faible quantité de Noire Eriochrome T ;
- remplir la burette avec la solution titrée de calcium.
- Placer la prise d"essai sur un agitateur magnétique en dessous de la burette ;
- Démarrer l"agitateur ;
- Verser la solution de calcium dans la prise d"essai jusqu"au virage du bleu au violet-rose ;
- Noter de la valeur du volume de calcium de versé : V_E en ml ;
- Calculer la concentration de l"EDTA dans la solution ;

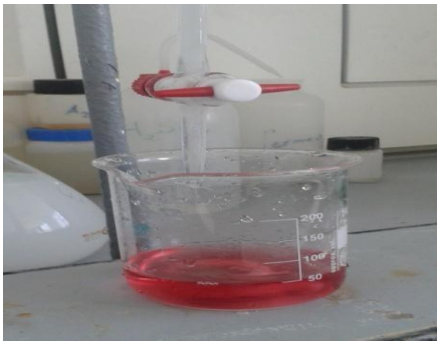
Notons bien que la solution à titrer prend la couleur bleu à cause de l"indicateur de noir eriochrome, qui indique l"absence de l"excès des ions du calcium ; Après l"addition de Ca^{2+} progressivement, l"EDTA se complexe avec le calcium selon la réaction suivante :

$$Ca^{2+} + Y^{4-} \longrightarrow CaY^{2-}$$

Au point d'équivalence, l"EDTA est disparu, alors Ca^{2+} se trouve en excès, il forme un autre complexe avec l"indicateur NET (donne une couleur ***rouge)*** CaIn stable selon l"équation suivant :

$$Ca^{2+} + In^{3-} \longrightarrow CaIn^{-}$$

a : avant le dosage



b : après le point d'équivalent

Figure 12: changement de couleur au point d'équivalence

A l'équivalence, le rapport stœchiométrique entre Ca^{2+} et l'EDTA égale 1 ce qui permet d'écrire:

$$N_{EDTA} = V_{Ca} * N_{ca} / V_{EDTA}$$

IV- Résultats

1– Solutions modèles

Pour les solutions modèles, nous avons déterminé le pourcentage recyclé d'EDTA par la différence entre la masse initiale et la masse finale de l'impureté étudiée (Fe, Mg, Al et Ca).

a- Solution de Ca-EDTA

Pour le calcium, il y a la formation du sulfate de calcium selon la réaction suivante :

$$Ca^{2+} + SO_4^{2-} \longrightarrow CaSO_4$$

$m_{C\,a} = m_{CaSO4} * M_{Ca} / M_{CaSO4}$

$m_{Ca} = 0.19*40/136 = 0.05g$

On calcule la masse de calcium initiale a partir de $CaCl_2$

$$CaCl_2 \longrightarrow Ca^{2+} + 2\,Cl^-$$

$m_{Ca} = m_{CaCl2} * M_{ca} / M_{CaCL2}$

m_{Ca}= 0.2*40/110.9 = 0.07g

R= 0.05 /0.07 *100 = 72%

b- Solution de Al-EDTA

Pour l'aluminium, il y a la formation de $Al(OH)_3$ selon la réaction suivante :

$$Al^{3+} + 3OH^- \longrightarrow Al(OH)_3$$

$m_{Al} = m_{Al(OH)3} * M_{Al} / M_{Al(OH)3}$

m_{Al}=0.00692g

$$2Al_2O_3 \longrightarrow 4\,Al^{3+} + 6O^{2-}$$

$m_{Al} = m_{Al2O3} * M_{Al}/2 * M_{Al2O3}$

m_{Al} = 0.00794 g

R= 0.00692 /0.00794 *100 = 87%

c- Solution de Mg-EDTA

Pour le magnésium, il y a la formation du sulfate de magnésium selon la réaction suivante :

$Mg^{2+} + SO_4^{2-} \longrightarrow MgSO4$

m_{Mg} = 0.00648g dans le précipite

$MgO \longrightarrow Mg^{2+} + O^{2-}$

m_{Mg} = 0.018 dans le réactif initial

R= 0.00648 /0.018 *100 = 36%

d- Solution de Fe-EDTA

Pour le fer, il y a la formation du Fe(OH)2 selon la réaction suivante :

$$Fe^{2+} + 2OH^- \longrightarrow Fe(OH)2$$

mFe= 0.049g

$$Fe^{2+} + 2NH_4^+ + 2SO_4^{2-} \longrightarrow Fe(NH4)_2(SO4)_2$$

mFe = 0.049g

R= 0.049 /0.049 *100 = 100 %

Le tableau 3 indique que le rendement obtenu pour chaque solution modèle est important, il atteint 100% pour la solution Fe-EDTA.

Tableau 3: rendement des solutions modèles

SolutionS	Ca-EDTA	Mg-EDTA	Fe-EDTA	Al-EDTA
Rendement %	72	36	100	87

2-Solution industrielle

Concentrations de l'EDTA

Le tableau 4 indique la concentration d'EDTA récupérée après le recyclage.

Tableau 4: concentration de l'EDTA récupéré

ESSAIS	V_E (ml)	Concentration molaire mol/l	Concentration massique g/l
1	9.2	3,70E-03	1,08
2	14	5,60E -03	1,64
3	10	4,00E-03	1,17
4	4.3	1,72E -03	0,50
5	12.7	5,08E-03	1,48
6	2.6	1,04E-03	0,3
7	6.8	2,72E -03	0,79
8	8.2	3,28E-03	0,96

Le tableau 5 indique le rendement de l'EDTA récupéré. Nous observons qu'il y a une grande différence entre le rendement de chaque essai. En plus, le rendement de la solution modèle obtenu est faible puisqu'il ne dépasse pas 55%. Ceci est expliqué du fait que la solution industrielle contient plusieurs métaux, alors il est difficile d'éliminer tout les métaux. Par contre, dans le cas des solutions modèles, on a travaille sur le comportement d'un seul métal.

Tableau5 : Rendement d'EDTA

ESSAIS	pH	température	agitation	K_2HPO_4	Temps	Rendements
1	**13**	**50**	**120**	**0,05**	**24**	36
2	**2**	**50**	**120**	**1**	**5**	55
3	**2**	**25**	**120**	**1**	**24**	39
4	**13**	**25**	**30**	**1**	**24**	17
5	**2**	**50**	**30**	**0,05**	**24**	49
6	**13**	**25**	**120**	**0,05**	**5**	10
7	**13**	**50**	**30**	**1**	**5**	26
8	**2**	**25**	**30**	**0,05**	**5**	32

La validation statistique du modèle postulé

Analyse de la variance

Les résultats obtenus pour l'analyse de la variance à partir de l'exécution du plan de criblage sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 6: analyse de variance

	Degré de liberté	SCE	CM	Fcal	P – value (%)
Régression	**5**	**1587,5**	**317,5**	**19,538**	**0,049**
Résidus	**2**	**32,5**	**16,25**		
Total	**7**	**1620**			

D'après le tableau 6 d'analyse de la variance, nous pouvons conclure que :

La régression explique bien le phénomène étudié avec un degré de confiance de 95%, puisque la variance de la régression (V_{reg}=**317,5**) est supérieure à la variance résiduelle (V_{res}=**16,25**) et Puisque (p=0.049<5%), donc, le modèle est statistiquement significatif.

Le coefficient de détermination

Le tableau suivant représente l'écart type sur la réponse et les coefficients de détermination :

Tableau7 : les coefficients de corrélation

coefficients	**valeurs**
$\mathbf{R^2}$	0.980
$\mathbf{R^2_{ajusté}}$	0.930
Ecart Type de la réponse	4.0311289

Le coefficient de détermination atteint R^2 = 98%, et le R^2 ajusté atteint la valeur de 93%, ce qui prouve l'existence d'une bonne régression entre les données intervenant dans la création du modèle.

Etude des effets des facteurs

Coefficient de l'étude

Les effets principaux des cinq variables étudiés sont résumes dans le tableau 6 Chaque coefficient est associé aux valeurs de t (student) et p-value. Les valeurs de t sont employées pour déterminer la signification des coefficients de régression de chacun des paramètres. En général, plus la grandeur de t est élevée, plus p value est petit, et plus le terme correspondant de coefficient est significatif.

La valeur de la constante b_0 est égale à 33. Cette valeur ne dépend d'aucun facteur. Les résultats du tableau 6 montrent que les facteurs b_3, b_4, b_5 n'ont pas d'influence sur le rendement d'EDTA recycle, et les deux facteurs le pH et la température ont des significations sur la réponse. Ces résultats sont plus clairs sur les trois graphes (Fig. 13, Fig14 et fig15) des effets des facteurs et leurs pourcentages de contribution dans la variation de la réponse étudiée (Rendement).

Tableau 8 : Effets des coefficients du modèle qui relie la réponse aux facteurs

Nom	coefficient	Effet	Ecart -	t_{cal}	Signif. %
Constant	b_0	33.000	1.4252193	23.15	0.186
pH	b_1	-10.750	1.4252193	-7.54	1.71 *
Température	b_2	8.500	1.4252193	5.96	2.70 *
temps d'agitation	b_3	2.000	1.4252193	1.40	29.6
masse de K_2HPO_4	b_4	1.250	1.4252193	0.88	47.3
Temps de séjour	b_5	2.250	1.4252193	1.58	25.5

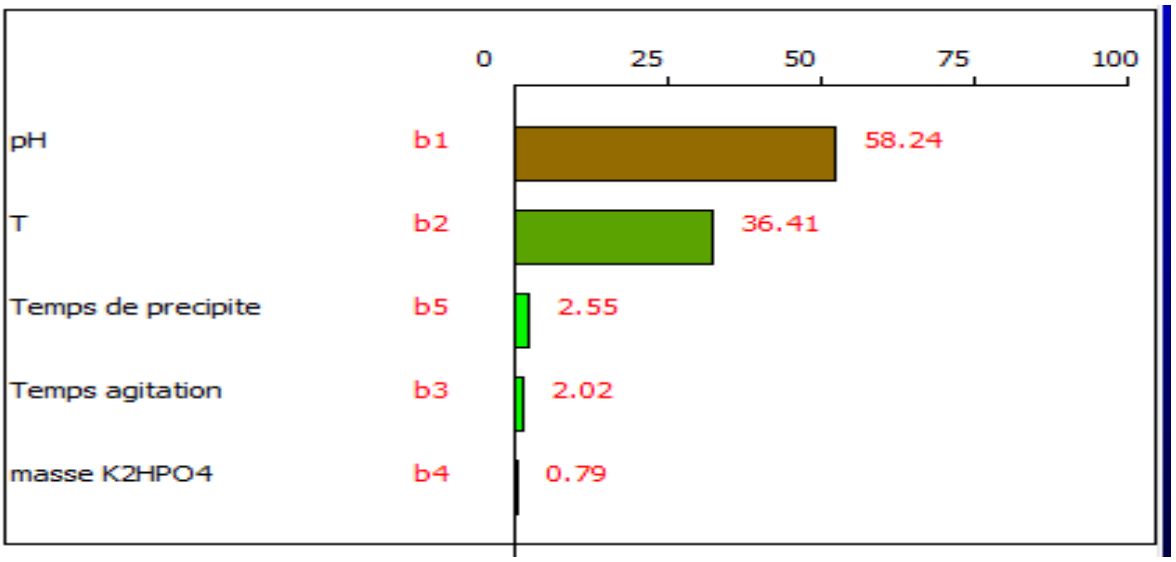


Figure13 : Pareto des Effets individuels des paramètres qui influent sur le rendement

L'étude graphique de Pareto des facteurs qui affectent sur le pourcentage de l'EDTA récupère tout en gardant le maximum de variabilité ; montre que le pH de la solution et la température de chauffage de solution sont des sources de 94.65 % de la variabilité du rendement recyclée.

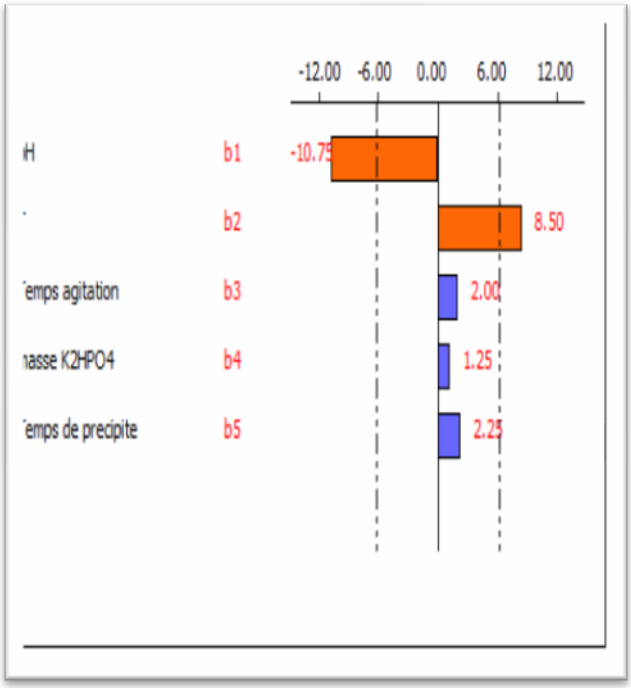


Figure 12 : Etude graphique des effets des facteurs sur la réponse de rendement d'EDTA

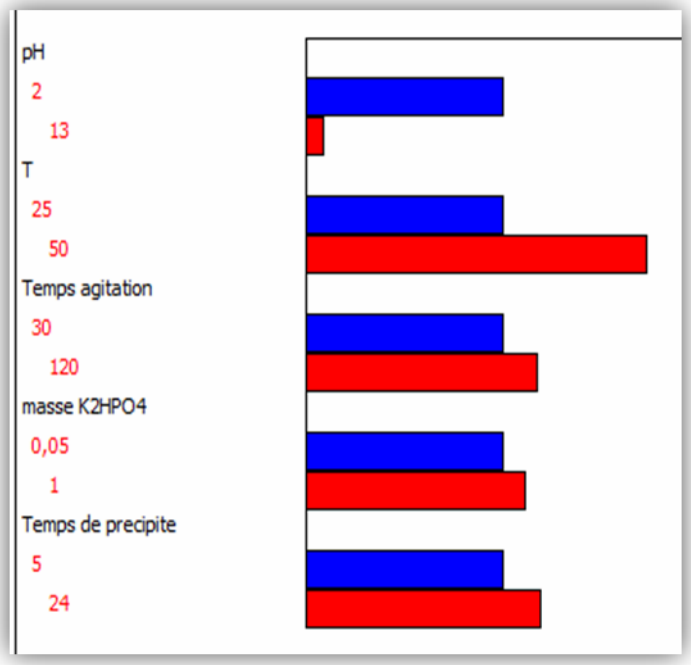


Figure 13:Etude graphique des effets totaux sur la réponse des essais

2.4 Interprétations

L‟analyse de l‟étude graphique (fig. 13, 11,12)des différents facteurs de notre méthode de recyclage montre que :

- pH : Le potentiel hydrométrique possède un effet négatif sur le rendement de complexe récupéré du solution de nettoyage lorsqu‟on passe du niveau hautlde pH= 13 vers le niveau bas pH=2 le rendement augmente.

- Température :elle vient en seconde place avec un coefficient de 8.5 et une contribution de 36.41, Ce résultat indique que le rendement est plus important Lorsque on passe le niveau bas 25°C au niveau haute 50°C, donc elle a un effet positif sur le rendement.

- Temps d‟agitation : La figure 12 et figure 13montrent qu'il y a une petite augmentation dans le rendement en passant du 30min au 2heure d‟agitation. Les résultats des solutions de temps d‟agitation de 2h sont similaires à ceux trouvés pour les essais de 30min, mais il y a qui une augmentation remarquable du rendement. Sauf que dans notre cas, cette augmentation n'est pas statistiquement significative.

- La masse de K_2HPO_4 : lorsqu‟on passe de niveau bas (0.05g) vers le niveau haut (1g),on remarque une faible changement sur le rendement ,en plus le test de student pour le coefficient b_4 a montré que ce facteur n'a aucune influence sur le rendement car son risque de signification (P-value=0.47) est de plus de 0,05.

- Temps de précipité : d‟après le tableau 6, le test t pour le coefficient b5 a montré que ce facteur n'a aucune influence sur la valeur de rendement, car son risque de signification (P-value= 0.25) est de plus de 0,05. Donc son effet est négligeable.

2.5 Modèle postule

Le modèle mathématique statistique qui représente la réponse en fonction des variables les plus influents est:

$$Y = 33.000 - 10.750\ pH + 8.500\ T + \varepsilon$$

Avec **ε :** L'erreur expérimentale (ε) de moyenne zéro(0) considérée, et de varince s^2 estimée par S^2 de résidus égale 16,25.

Conclusion et perspectives

Dans cette étude, nous avons pu évaluer l'effet des conditions opératoires sur le rendement d‟EDTA récupéré de solution de lavage ., en utilisant comme stratégie la méthodologie des plans d'expériences. Les résultats montrent clairement que la conception expérimentale est une méthode appropriée pour faire le criblage des facteurs agissant sur l'opération de recyclage de la solution. Le plan de Plackett et Burman qui a été appliqué a conduit à un modèle du premier ordre dont les coefficients significatifs sont statistiquement relatifs aux facteurs les plus influents sur la réponse. Après la validation statistique du modèle obtenu, nous sommes passés à l'analyse des effets. Ainsi, ce modèle a permis, d'une part, de montrer que le pH de la solution, et la température de chauffage sont des facteurs qui influent sur le rendement, ont tous des effets significatif Respectivement (-10,75 et 8.5) et les autres facteurs n‟ont pas influent dans notre travail on arrive à 55% de rendement de l‟EDTA recyclé.

Afin de compléter cette étude, une étude d'optimisation doit être mise en jeu. Elle consistera à chercher les conditions opératoires optimales susceptibles de garantir un meilleur rendement, par l'utilisation d'un autre type de plans d'expériences conçu pour ce type d'études, Soit les plans d'optimisation de type surface de réponse en agissant sur les facteurs opératoires continus jugés influents par l‟étude de criblage.

REFERENCES BIBIOGRAPHIQUES

[1] Chaberck SA, Martell AE (1959) Organic sequestering agents. New York, NY, John Wiley & Sons, Inc

[2] http :/ /mon.univ-montp2.fr/claroline/backends/download.

[3] Nowack, B. u. Baumann, U.: BiologischerAbbau der Photolyseprodukte von Fe III EDTA. Acta hydrochim. hydrobiol. 26 (1998) 2,104 – 108.

[4] (RGPT art.723 bis et Directives européennes 67/548/CEE, 88/379/CEE sur la classification, l‟emballage et l‟étiquetage des substances et préparations dangereuses)

[5]J.-M. BRIGNON et A. GOUZY,(EDTA ET SES SELS) ;INERIS, 2011. Données technico-économiques sur les substances chimiques en France :page 17.

[6] Commission Européenne (2004b). "RAR-RiskAssessment Report-tetrasodium EDTA, Vol 51, EUR 21315 EN."

[7] J.M.BRIGNON, (EDTA ET SES SELS). INERIS – DRC-10-112065-12979A

[8] Commission Européenne (2000). "IUCLID, substance ID 60-00-4, edetic acid et substance ID : 64-02-8, tetrasodiumedta."

[9] http://hscordia.free.fr/Diagrammes/Edta/Presentationedta.htm

[10]Jingang Wang, Jiemei Yu, Xiang Z Kong, LongleiHou .(Spectrophotometric determination of EDTA in aqueous solution through ferroin formation using sodium sulfite as the reducer) Chemosphere 2013-04-01

[11] Kemmei T1, Kodama S, Fujishima H, Yamamoto A, Inoue Y, Hayakawa K(Determination of ethylenediaminetetraacetic acid in sea water by solid-phase extraction and high-performance liquid chromatography.) 2012 Jan 4;709:54-8. doi: 10.1016/j.aca.2011.10.011. Epub 2011
Oct 14.

[12] from :http ://fr.265heath.com/public-health-safety/medicc=al-reasearch/1007074439.html

[13]L. Di Palma∗ , P. Ferrantelli, C. Merli, F. Biancifiori , (Recovery of EDTAand metal precipitation from soil flushing solutions) ,Journal of Hazardous Materials B103 (2003) 153–168,page157

[14] C. Kim, S.K. Ong, Recycling of lead-contaminated EDTA wastewater, J. Hazard. Mater. B69 (2000) 273.

[15] Lim TT1, Chui PC, Goh KH, (Process evaluation for optimization of EDTA use and recovery for heavy metal removal from a contaminated soil).Chemosphere. 2005 Feb;58(8):1031-40.

[16] O. Gylien˙e∗ , J. Aikait˙e, O. Nivinskiene .(Recovery of EDTA from complex solution using Cu(II) as precipitant and Cu(II) subsequent removal by electrolysis), Journal of Hazardous Materials B116 (2004) 119–124 Institute of Chemistry, A. Go˘stauto 9, 2600 Vilnius, Lithuania Received 4 May 2004; received in revised form 2 August 2004; accepted 2 August 2004online 13 October 2004,page 120

[17] F.J. Welcher (Ed.),(Standard Methods of Chemical Analysis, sixthed., vol. 2, Industrial and Natural Products and NoninstrumentalMethods, Part B, Toronto, NewYork, London, 1967.

[18] le brevet N° US8287618 B2 , (Method or process for recovering Mo, V, Ni, Co and Al from spent catalysts using ultrasonic assisted leaching with EDTA)date de publication 16 octobre 2012.

[19] Poirier J. Analyse de la variance et de la régression. Plans d‟expérience. Techniques de l‟ingénieur, R260.

[20] : M. EL ASRI, 2013. Cours sur les plans d‟optimisation et plans de melange, Universite Sidi Mohamed Ben Abdellah, Faculte Des Sciences Et Techniques Fes, Maroc.

[21] [Louvet, 06] F. Louvet, L. Delplanque, “Design of experiments : the French touch / Les plans d‟expériences : une approche pragmatique et illustrée”, témoignage de l‟association Expérimentique, 2006.

[22] : F. RABIER, 2007. Modélisation par la méthode des plans d‟expériences du comportement dynamique d‟un module IGBT utilisé en traction ferroviaire, thèse Docteur de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, Ecole Doctorale Materiaux – Structure – Mecanique

[23] François RABIER, Modélisation par la méthode des plans d‟expériences du comportement dynamique d‟un module IGBT utilisé en traction ferroviaire, Thèse de doctorat Génie Mécanique, ECOLE DOCTORALE MATERIAUX – STRUCTURE – MECANIQUE, N° d'ordre : 2509

[24] Sandrine KARAM , , Application de la méthodologie des plans d‟expériences et de l‟analyse de données à l‟optimisation des processus de dépôt, faculté de des Sciences et Techniques, Thèse N° 39-2004

[25] : A. LAMURE, Méthodologie des plans d‟expériences, plans factoriels complets.

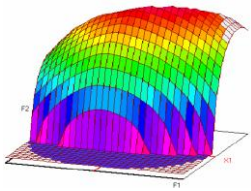
[26] J. Goupy, Les plans d‟expériences. Revue MODULAD. Vol. 34, pp. 74-116, 2006.

[27] L. Levin, F. Forchiassin and A. “Viale, Ligninolytic enzyme production and dye decolorization by Trametes trogii: application of the Plackett–Burman experimental design to evaluate nutritional requirements“, Process Biochemistry,
vol. 40 , pp. 1381–1387, 2005.

[28] H. Hidalgo, Dépôt chimique en phase vapeur de couches minces d‟alumine dans une post-décharge micro-onde, Thèse de doctorat en Chimie, Chimie Physique, Spécialité Procédés et Céramiques, Université de Limoges, septembre 2003.

[29] T. LUNDSTEDT, E. SEIFERT, L. ABRAMO, B. THELIN, A. NYSTROM, J. PETTERSEN, R. BERGMAN, Experimental design and optimization, Chemometrics and intelligent laboratory systems 42, 1998.

Université Sidi Mohammed Ben Abdellah
Faculté des Sciences et Techniques
www.fst-usmba.ac.ma



Master ST CAC Agiq

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom: DKHISSI SOUKAINA

Année Universitaire : 2014/2015

Titre: Etude des paramètres influents sur le recyclage de l'EDTA par le plan Plackett et Burman

Résumé

L'EDTA est un acide aminopolycarboxylique, solide, incolore et soluble dans l'eau, il est largement utilisé pour dissoudre le calcaire. Son utilité se pose en raison de son rôle en tant que agent chélateur hexadentate capable de combiner stoechiométriquement presque avec tous les métaux de tableau périodique.

Dans ce projet de fin d'étude, nous avons fait le traitement de solution de lavage d'EDTA des installations industrielles au sein de l'OCP, pour réutiliser autre fois. Afin d'atteindre cet objectif nous avons appliqué un plan de criblage tel que le plan de Plackett-Burman. En effet, ce type de plan permet de sélectionner les paramètres influents l'opération de recyclage. Les résultats trouvé montrent que le pH et la température sont les facteurs qui ont un effet sur le rendement permettant d'atteindre 55% de pourcentage recyclée de l'EDTA .

Mots clés: récupération, EDTA, technique d'analyse