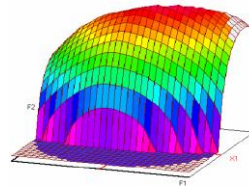




Année Universitaire : 2016-2017



**Master Sciences et Techniques CAC Ageq**  
**Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion de la qualité**

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

# **Etude de la consolidation des boues des phosphates par floculation**

**Présenté par :**

**EL-MRABET Sara**

**Encadré par :**

- **HAFID Zouhair (OCP Khouribga)**
- **EL ASRI Mohemmad (FST Fès)**

**Soutenu Le 12 Juin 2017 devant le jury composé de :**

- **Pr. Mohemmad EL ASRI**
- **Pr. Bouchaib IHSSANE**
- **Pr. Abdessalam BOUAYAD**

**Stage effectué à : Centre de Recherche et développement en minéralurgie  
et les procédés de traitements OCP Khouribga**



**Master ST CAC Ageq**

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

**Nom et prénom : EL-MRABET Sara**

**Année Universitaire : 2016/2017**

**Titre : Etude de la consolidation des boues des phosphates par floculation**

**Résumé**

L'objectif de ce travail concerne l'étude de la consolidation des boues de lavage et de flottation du minerai phosphaté par floculation. L'application de la méthodologie des plans d'expérience et plus précisément le plan de criblage nous a permis d'évaluer les facteurs qui ont un effet sur la réponse qui est le taux de récupération d'eau au sein des bassins de stockage (digues), également ils nous permet de choisir les critères d'optimalités par plan de surface de réponse de Box Benkhen, mais malheureusement le modèle postulé n'est pas validé autrement dit le modèle choisi ne représente pas suffisamment le phénomène étudié dans ce domaine.

**Mots clés : Boues, Phosphates, Floculation, Plan d'expériences, bassin de stockage.**

## ***Dédicace***

*J'ai un immense plaisir d'offrir ce modeste travail :*

*A mes très chers parents qui m'ont toujours soutenu pour l'atteinte de mes objectifs Dieu Merci.*

*A mes frères, pour leur amour.*

*A mes encadrants, pour leurs conseils précieux qui m'ont accompagné tout au long de mon stage.*

*A mon binôme BOUZALMAT Hamza et tous les stagiaires Manal, Taoufik, Noura, Sara et Badia.*

*A tout le personnel de centre de recherche et développement la société « OCP KHOURIBGA » qui m'a permis d'effectuer mon stage dans des meilleures conditions.*

*A mes amis et surtout Niama, Meryem et Sabah ainsi que mes camarades de classe, pour les moments inoubliables qu'on a vécu ensemble durant ces années...*

## ***Remerciement***

Dieu Merci !

Avant de commencer la rédaction de ce rapport, je veux exprimer en quelques lignes ma reconnaissance et mon remerciement à toutes les personnes qui ont contribué au succès de mon stage et à la réalisation de mon rapport dans les conditions adéquates.

Tout d'abord, je tiens à remercier mon encadrant de la FST-Fès Mr. *ELASRI Mohemmad* pour sa disponibilité, ses conseils dans les moments importants de ce travail et le temps précieux qu'il m'a accordé malgré ses préoccupations.

De même, je remercie Mr. *HAFID Zouhir* ingénieur au centre de recherche et développement, qui m'a toujours accueilli avec sympathie qui m'a guidé avec ses précieux conseils.

Mes remerciements s'adressent également à *EL YAZGHI Amine*, *ABOU ALI Ali* et à tout le personnel du laboratoire de minéralogie et procédé de traitement et laboratoire d'analyses chimiques, qui ont mis à ma disposition toutes les informations nécessaires pour mener mon projet de fin d'études dans d'excellentes conditions.

Et je tiens à remercier Mr IHSSANE et Mr BOUAYAD d'avoir accepté de juger ce travail et qui me font l'honneur d'être membres de jury.

Mes sincères remerciement vont à tous les enseignants de la promotion MST CAC 2017.

Enfin, je remercie tous les stagiaires pour les bons moments qu'on a passés ensemble et je les souhaite que de succès et de bonheur.

## *Liste des abréviations*

**OCP-SA** : Société anonyme Office Chérifien de Phosphates  
**TSP**: Engrais Superphosphate Triple  
**ASP**: Engrais Sulfo-phosphate d'ammonium  
**NPK** : Engrais complexes ternaires, N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et K<sub>2</sub>O  
**DIM** : Développement de l'industrie minière  
**R&D** : Recherche et Développement  
**ICP** : Spectrométrie à plasma à couplage inductif  
**SAA** : Spectrométrie d'absorption atomique  
**ISO** : International Organization for Standardization Organisation internationale de normalisation  
**CEE** : Communauté économique européenne  
**BPL**: Bone Phosphate of Lime c'est le Phosphate tricalcium  
**CERPHOS** : Centre d'étude et de recherche des phosphates minéraux  
**EHD, HD, BH, HE** : Nomination des hydrocyclones  
**AMD** : Acrylamide  
**PAM** : Polyacrylamide  
**MW** : Molecular weight le poids moléculaire  
**C<sub>i</sub>** : Concentration initiale du flocculant  
**C<sub>f</sub>** : Concentration finale  
**V<sub>i</sub>** : Volume initial  
**V<sub>f</sub>** : Volume final  
**V<sub>floc</sub>** : Volume de flocculant  
**V<sub>r</sub>** : Volume d'eau et de flocculant récupéré  
**ANOVA** : Analysis of variance analyse de variance  
**R<sup>2</sup>** : Coefficient de détermination  
**R<sup>2</sup> aj** : Coefficient de détermination ajusté

## Liste des Figures

<b><u>Figure 1</u></b> : Localisation des sites du groupe OCP	6
<b><u>Figure 2</u></b> : Les activités du Groupe OCP	8
<b><u>Figure 3</u></b> : Organigramme du groupe OCP	9
<b><u>Figure 4</u></b> : Organigramme de site d'OCP Khouribga	10
<b><u>Figure 5</u></b> : Les champs d'application de la R&D	11
<b><u>Figure 6</u></b> : Les principales phases de traitement des phosphates à la laverie de Youssoufia	17
<b><u>Figure 7</u></b> : La phase de lavage des phosphates à la laverie de Youssoufia	19
<b><u>Figure 8</u></b> : Schéma de la flottation	20
<b><u>Figure 9</u></b> : Schéma de décanteur	20
<b><u>Figure 10</u></b> : le schéma d'acheminement des boues vers les bassins de stockage	21
<b><u>Figure 11</u></b> : Une digue et le schéma de fonctionnement d'une cheminée	21
<b><u>Figure 12</u></b> : la procédure de la floculation	23
<b><u>Figure 13</u></b> : Structure des PAM (a) anioniques, (b) cationiques et (c) non ioniques	24
<b><u>Figure 14</u></b> : Mécanisme de floculation par adsorption physicochimique (a) Adsorption du PAM aux particules colloïdales (b) Agrégation et liaison des particules par l'intermédiaire du PAM (c) Floculation	25
<b><u>Figure 15</u></b> : Démarche d'utilisation des plans d'expériences	27
<b><u>Figure 16</u></b> : Le taux de solide	31
<b><u>Figure 17</u></b> : Malaxeur	33
<b><u>Figure 18</u></b> : la boue après ajout du flocculant et le malaxage	34
<b><u>Figure 19</u></b> : Boues après drainage	34
<b><u>Figure 20</u></b> : Mesure du volume de l'eau récupérée	34
<b><u>Figure 21</u></b> : diagramme de Pareto simple et cumulé	36
<b><u>Figure 22</u></b> : Droite d'Henry pour les résidus	39

## *Liste des Tableaux*

<u><i>Tableau 1</i></u> : Les techniques d'analyse effectuées au centre R&D	14
<u><i>Tableau 2</i></u> : Les qualités sources en fonction du pourcentage en BPL	16
<u><i>Tableau 3</i></u> : Classification des flocculants MW	24
<u><i>Tableau 4</i></u> : Les tests à vérifier pour valider le modèle	28
<u><i>Tableau 5</i></u> : Taux de solide pour le plan de criblage	31
<u><i>Tableau 6</i></u> : Taux de solide pour le plan de surface de réponse	31
<u><i>Tableau 7</i></u> : Le domaine expérimental de chaque paramètre	32
<u><i>Tableau 8</i></u> : Le plan d'expérimentation (les essais)	33
<u><i>Tableau 9</i></u> : Les résultats des essais	35
<u><i>Tableau 10</i></u> : Les coefficients de modèle	35
<u><i>Tableau 11</i></u> : Le domaine expérimental de chaque paramètre	37
<u><i>Tableau 12</i></u> : Les résultats des essais du plan de surface de réponse	38
<u><i>Tableau 13</i></u> : Analyse de variance	39
<u><i>Tableau 14</i></u> : Les coefficients de détermination	39

## Sommaire

Dédicace	
Remerciement	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction.....	3
<b>Chapitre 1 : Présentation du groupe OCP &amp; du Centre de Recherche et Développement de KHOURIBGA</b>	
I. Présentation de l'office chérifien de phosphates .....	6
1. Fiche technique .....	6
2. Localisation.....	6
3. Historique .....	7
4. Activité de l'OCP :.....	9
5. Organisation du Groupe OCP : .....	9
6. Organisation de site de Khouribga : .....	11
II. Présentation de centre de Recherche et Développement en minéralurgie et les procédés de traitement DIM /GM .....	11
1. Centre de Recherche et Développement en minéralurgie et les procédés de traitement :.....	12
2. Description de centre DIM /GM .....	13
<b>Chapitre 2 : Etude Bibliographique</b>	
I. Minerai traité :.....	17
II. Le processus de traitement des phosphates :.....	17
1. Procédés de lavage :.....	18
2. Flottation .....	21
3. Décantation .....	21
III. Le mode de gestion de boues actuel :.....	22
IV. Généralités sur la floculation :.....	23
1. Floculation .....	23
2. Les flocculants : .....	23
V. Généralités sur la méthodologie des plans d'expériences :.....	26
1. Définition.....	26
2. Traitement des résultats du plan d'expérimentation .....	28
<b>Chapitre 3 : Etude de la consolidation des boues des phosphates par floculation par méthodologie des plans d'expériences</b>	



I. Le mode opératoire de consolidation des boues des phosphates par floculation : .....	31
II. Evaluation des effets des paramètres par plan de criblage : .....	33
III. Modélisation par application d'un plan de surface de réponse.....	37
Conclusion.....	42
Bibliographie.....	43
Résumé	

## Introduction

En tant que leader mondial sur le marché des phosphates et de ses dérivés, l'OCP est particulièrement sensible à la nécessité de préserver la qualité de ses produits et d'assurer la protection de l'environnement.

Partant de ce concept, au cours de ces dernières années, le groupe essaye d'intégrer la notion d'investissement respectueux de l'environnement, par la mise en place des programmes et des procédés qui minimisent au maximum l'impact de ses activités industrielles sur l'environnement. A titre d'exemple le transport de minerai liquide depuis le site d'extraction jusqu'à l'usine chimique (Pipeline : économie de l'eau et de l'énergie). Vu que la majorité des procédés utilisés au sein d'OCP tels que le lavage et la flottation nécessitent des quantités importantes de l'eau et par la suite génèrent des quantités colossales de boues donc il est primordial de recycler ces boues pour récupérer l'eau.

C'est pourquoi le groupe OCP a mis en place des usines de lavage équipées de systèmes de décantation des boues et de traitement des eaux usées, ainsi que des systèmes de recyclage qui permettront d'économiser et de récupérer annuellement environ 5,8 millions des mètres cubes d'eau. Malgré cela ces décanteurs génèrent des quantités importantes de boues minérales concentrées (Taux de solide = 30%) qui sont évacuées par la suite vers des bassins d'épandage appelés digues. Après évacuation, la séparation liquide-solide se fait par décantation naturelle. Celle-ci est trop lente d'autant plus que les particules sont fines. Cela conduit à un remplissage rapide de ces bassins et une demande croissante à l'acquisition et la construction d'autres bassins. Evidement tout cela à un impact sur le coût de traitement.

Ce stage a pour objectif l'étude de la consolidation des boues des phosphates par floculation pour améliorer davantage le taux de récupération de l'eau utilisée dans le lavage au niveau des digues.

Pour cela, on a besoin de chercher le meilleur flocculant puisque ce dernier joue un rôle très important pour la sédimentation des particules et la récupération des eaux utilisées pour le lavage de phosphate.

Ce manuscrit se subdivise en trois grands chapitres :

Le premier chapitre présente une description générale du groupe OCP ainsi que la description du centre de recherche et développement au sein duquel j'ai effectué mon stage.

Le second chapitre est un rappel bibliographique sur la floculation, son principe et son rôle. Aussi une présentation succincte de la méthodologie des plans d'expérience utilisés dans ce travail, (plan de criblage, plan de surface de réponse ou plan d'optimisation).

Le troisième chapitre présente le travail effectué dans ce projet. Nous terminons ce rapport par une conclusion générale et quelques perspectives.

## Chapitre 1

Présentation du groupe OCP

&

Du Centre de Recherche et

Développement de KHOURIBGA

## **I. Présentation de l'office chérifien de phosphates**

L'Office chérifien de phosphates est un leader mondial sur le marché des phosphates et de ses dérivés, il est un acteur clé sur le marché international, depuis sa création en août 1920.

L'OCP extrait, valorise et commercialise du phosphate et des produits phosphatés, notamment de l'acide phosphorique et des engrais. OCP est le premier producteur et exportateur mondial de phosphate sous toutes formes. Il est aussi l'un des plus grands producteurs d'engrais au monde.

### **1. Fiche technique**

- Nomination Sociale : Groupe Office Chérifien des Phosphates
- Date de création du groupe : 1975
- Président du conseil d'administration : le premier ministre
- Directeur Général : M. Mostafa TERRAB
- Réserves de Phosphate :  $\frac{3}{4}$  des réserves mondiales
- Sites de Production :
  - Phosphate : Khouribga, Benguéir, Youssoufia, Boucraâ-Laâyoune.
  - Dérivés : Safi, Jorf Lasfar
- Statut juridique : public (à gestion autonome)
- Effectifs : 19.500 dont 830 ingénieurs et équivalents
- Actionnaires : l'Etat marocain
- Exploitation Minière : Khouribga, Ben guérir, Youssoufia et Boucraâ
- Industrie chimique : Safi et Jorf Lasfar
- Siège social : Angle route d'El Jadida et boulevard de la Grande Ceinture Casablanca
- Registre de commerce : 40327
- Téléphone : 05-22-23-00-25
- Fax : 05-22-23-00-69
- Boite postale : 5196
- Site web: [www.ocpgroup.ma](http://www.ocpgroup.ma). [1]

### **2. Localisation**

- Le siège social de l'office est situé à Casablanca.
- Les directions d'exploitation et de traitement sont les suivants :
  - ❖ **Ouled Abdoun KHOURIBGA** : c'est la plus importante mine de production du groupe OCP-SA. Elle est située dans la zone de Khouribga. Sa capacité de production est de 19 milliards de tonnes par année.

- ❖ **Gantour:** La direction des exploitations minières de Gantour a pour mission l'extraction, le traitement et la livraison du phosphate à partir du gisement de Gantour. Ce gisement s'étend sur 125Km de l'est à l'ouest et sur 20Km du nord au sud. Il couvre une superficie de 2500Km. Il existe deux centres qui sont en exploitation : le centre de Youssoufia (depuis 1939) et le centre de Bengrerir depuis (1980).
- ❖ **Oued Eddahab (Boucraa-Laayoune) :** Situé à 50Km au sud de la ville de Laayoune. Les réserves des gisements des phosphates d'Oued Eddahab sont estimés à 1,13 milliard de m<sup>3</sup>. Seul gisement de Boucraa est en exploitation compte tenu de ses réserves et de sa teneur.
- ❖ **Pôle chimique de Jorf Lasfar :** Ce site industriel est situé sur le littoral atlantique à 15 km au sud-ouest d'El Jadida. Il a pour activité principale la valorisation du phosphate extrait des gisements de Khouribga, en acide phosphorique et engrais.
- ❖ **Safi :** Premier site chimique d'OCP, le complexe de Safi a démarré ses activités en 1965 pour valoriser les phosphates de Gantour. Il se comporte de trois unités : Maroc Chimie, Maroc Phosphore I et Maroc Phosphore II, ces unités produisent de l'acide phosphorique et trois types d'engrais (TSP, ASP et NPK). [2]



***Figure 1 : Localisation des sites du groupe OCP [2]***

### **3. Historique**

Les principales dates qui ont marqué l'histoire du Groupe OCP [3] :



Création de l'Office Chérifien des Phosphates  
**1920**



Début de l'extraction souterraine du phosphate dans les mines de Khouribga  
**1921**



Début de l'extraction souterraine du phosphate dans les mines de Youssoufia  
**1931**



Lancement de la plateforme de transformation chimique de Safi « Maroc Chimie »  
**1965**



Acquisition partielle par OCP de la société Phosboucraa à Boucraa  
**1976**



Lancement de la mine de Benguérir.  
**1980**



Lancement de la plateforme de transformation chimique de Jorf Lasfar.  
**1984**



Création de plusieurs jointventures avec des partenaires internationaux « Emaphos », « Imacid », etc.  
**1998**



Démarrage des chantiers de la première vague du Programme de Transformation Industrielle : Laverie Merah El Ahrach (MEA), Laverie et nouvelle Mine El Halassa, adaptation de la mine de Merah El Ahrach et Daoui, Slurry Pipeline, Maroc Central, Jorf Phosphate Hub.  
**2008**



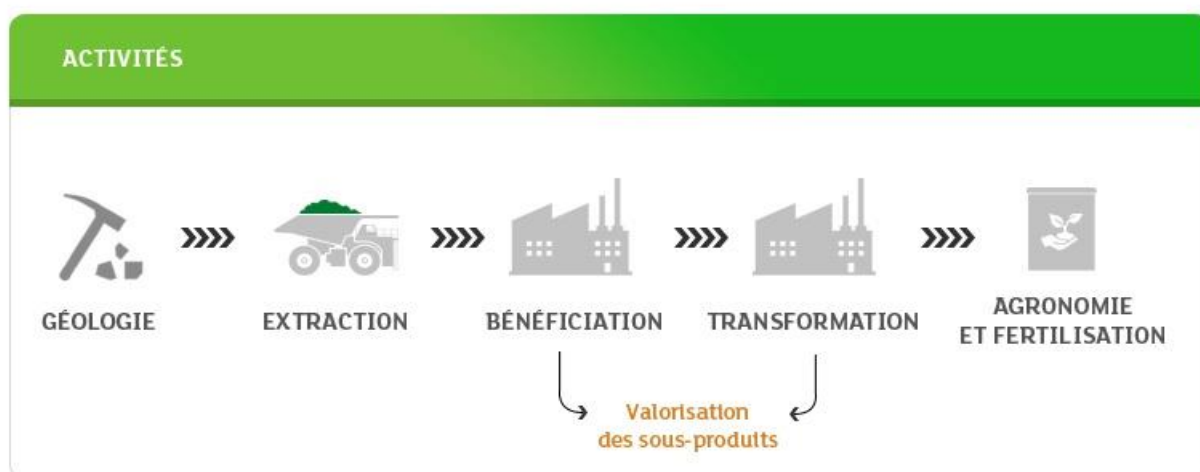
Lancement du chantier de la plateforme de processing Safi Phosphate Hub  
• Essais Slurry Pipeline.  
• Mise en service Maroc Central  
• Ouverture de School of Industrial Management (EMINES) de l'Université Mohammed VI Polytechnique.  
**2013**

#### **4. Activité de l'OCP :**

L'extraction et le traitement de phosphate brut, sont effectués au sein du Pôle Mines. Le Groupe OCP extrait le phosphate brut du sous-sol marocain grâce à des chantiers à ciel ouvert ou des mines souterraines.

Le minerai est ensuite épierré et criblé, puis séché ou calciné. Parfois, il subit une opération de lavage ou de flottation pour une concentration de sa teneur en phosphore.

Le minerai traité est soit exporté tel quel, ou bien livré aux industries chimiques du Groupe pour être transformé en produits dérivés commercialisables.



**Figure 2 : Les activités du Groupe OCP**

En effet, les activités du Groupe OCP sont subdivisées en deux grandes parties :

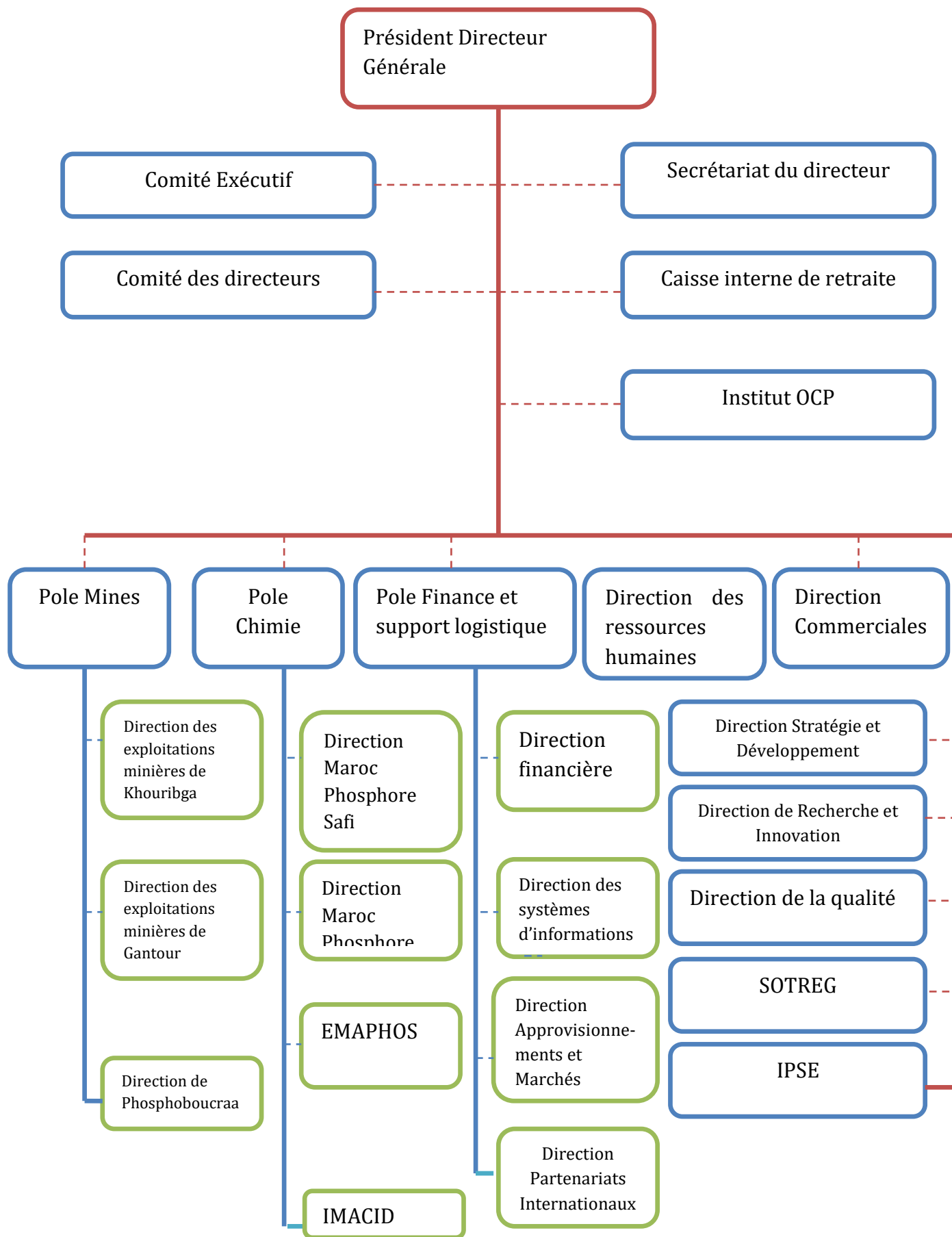
- ✚ **Activité Minière** qui consiste à chercher les réserves de phosphate, ensuite l'extraction de ce phosphate et enfin son bénéficiassions.
- ✚ **Activité Transformation Chimique** qui consiste à transformer les phosphates après traitement en acide phosphorique, en engrais ou autres produits chimiques. [2]

#### **5. Organisation du Groupe OCP :**

Pour mieux présenter l'organisation structurelle du Groupe, l'organigramme ci-dessous a été élaboré :

On trouve au sommet la Direction Générale à Casablanca qui décide de la politique générale du groupe, viennent ensuite aux niveaux inférieurs, les directions par spécialité : Ces directions regroupent plusieurs divisions chacune allouée à un objectif et une tâche bien déterminée.





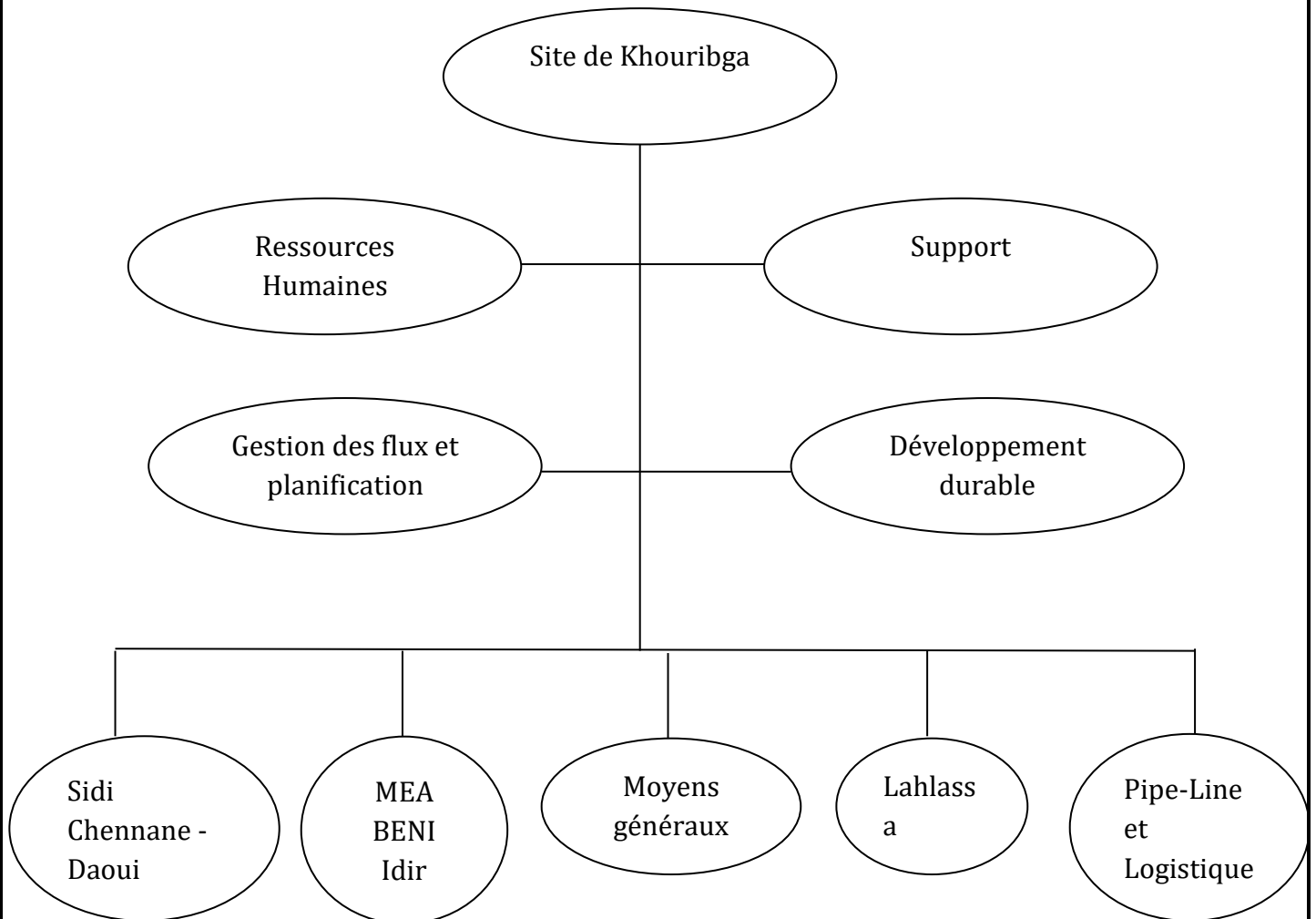
**Figure 3 : Organigramme du groupe OCP**

## **6. Organisation de site de Khouribga :**

L'organisation de l'OCP est divisée en deux grands axes :

- Axe sud (Ben guérir – Safi).
- Axe nord (Khouribga – El Jadida) et où s'est basé notre travail.

Ce site est organisé selon l'organigramme suivant :

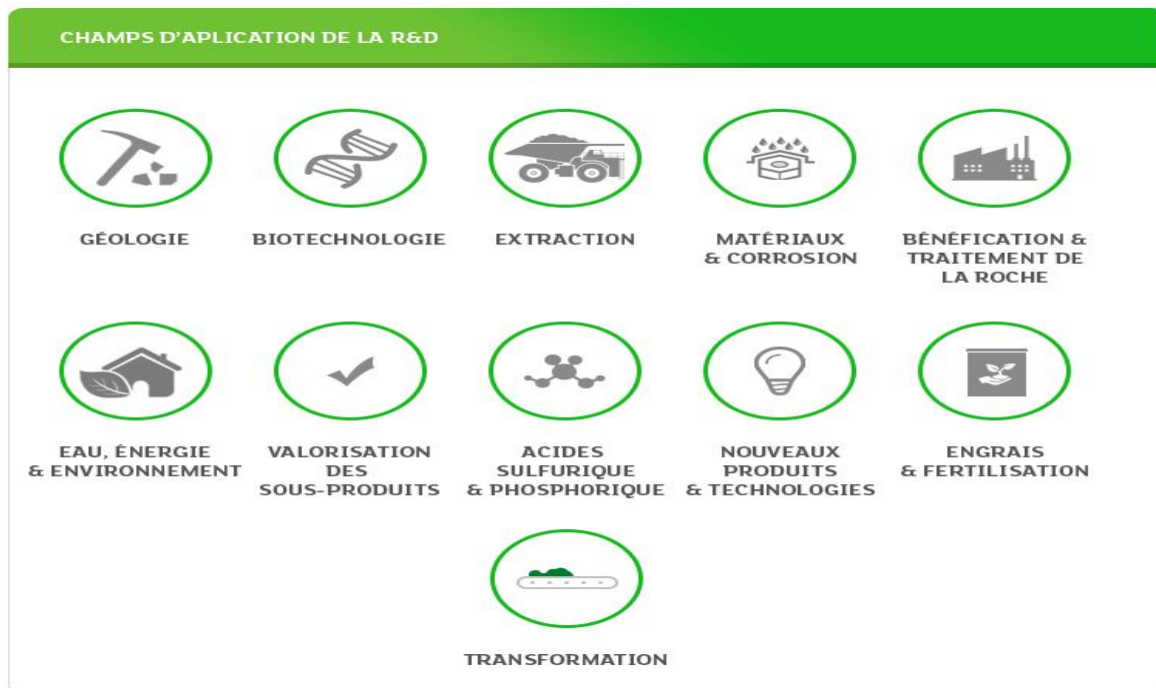


***Figure 4 : Organigramme de site d'OCP Khouribga***

## **II. Présentation de centre de Recherche et Développement en minéralurgie et les procédés de traitement DIM**

L'Innovation, la Recherche et le Développement sont des fers de lance de la stratégie du Groupe OCP.

La R&D chez OCP couvre entièrement la chaîne de valeur industrielle du Groupe, depuis la géologie jusqu'au produit final, avec plus de 170 chercheurs comprenant des docteurs, des ingénieurs et des techniciens de haut niveau.



**Figure 5 : Les champs d’application de la R&D**

▣ La principale mission de R&D chez OCP :

- Conduire l’innovation dans l’industrie du phosphate ;
- Développer de nouveaux produits et de nouvelles technologies, créer de la valeur et sauvegarder la prédominance d’OCP ;
- Améliorer la performance des opérations d’OCP et renforcer ses capacités technologiques ;
- Mettre en place une R&D de niveau mondial au service d’un Groupe mondial. [2]

### **1. Centre de Recherche et Développement en minéralurgie et les procédés de traitement :**

Ce centre de Recherche et Développement en minéralurgie et procédés de traitement où j’ai effectué mon stage de fin d’études a démarré le mois de décembre 2015 en ouvrant ces portes vers l’innovation, la recherche et le développement. Auparavant les pôles mine et chimie avaient chacun leur centre R&D, avec la décentralisation opérationnelle, la recherche a également été rapproché des sites, c’est dans ce cadre que ce nouveau centre Recherche & Développement de Khouribga a été fondé.

Les objectifs de ce centre sont multiples :

- **La R&D opérationnelle** : Elle est étroitement liée à la production et aux procédés industriels. Elle vise à améliorer les performances de la production, préserver les installations et les équipements contre la corrosion, améliorer l’efficacité énergétique, etc.

- **La R&D différenciation** : Elle se réfère à une recherche continue qui travaille sur l'amélioration de la qualité et la diversification des produits afin de permettre à OCP de se démarquer sur le marché.
- **La R&D de rupture** : Elle est relative au développement de nouveaux produits, de produits de niche et d'innovations technologiques, dans le cadre de l'éco-conception. Basée sur une innovation continue et ouverte, la R&D de rupture est un levier d'innovation majeur pour OCP.

## **2. Description de centre DIM**

Ce centre dispose de deux laboratoires, d'Analyse Chimique et de Minéralurgie qui sont chargés de faire des analyses et des essais pour atteindre les objectifs cités ci-dessus, sa capacité d'analyse est de 200 000 déterminations par an et son domaine d'intervention est le minerai de phosphate.

### **Laboratoire de Minéralurgie**

Les travaux réalisés par ce service consistent à la réception et la préparation des échantillons aux travaux d'études et de recherche dans le domaine de la minéralurgie et de traitement des minerais.

Ainsi que son activité porte principalement sur :

- ✓ Caractérisation physique et minéralogique des minerais.
- ✓ Caractérisation minéralogique des gisements en exploitation et des gisements de réserve.
- ✓ Caractérisation des échantillons de prospections géologiques.
- ✓ Travaux de recherches minéralogiques et de mise au point de procédés.

Les travaux effectués sont :

#### ➤ **Le traitement du minerai :**

A pour but d'améliorer son titre pour obtenir des qualités marchandes. Ce traitement s'effectue en plusieurs étapes :

- **Traitements préliminaires**

#### **Criblage à 10mm :**

Le but de cette opération est d'éliminer par tamisage les refus supérieurs à 10 mm constitués essentiellement des blocs de calcaire et de silex...

#### **Quartage :**

Cette opération permet d'obtenir un échantillon de laboratoire représentatif du lot d'échantillon mère.

#### **Lavage :**

Cette opération permet de laver et d'extraire le phosphate de la matrice des débris et des impuretés qui l'entourent par agitation en présence d'eau pendant 10 min avec un rapport de 2 /1 c'est-à-dire 1 kg de solide pour 2 l d'eau.

- **Analyse granulométrique**

**Tamissage :**

Cette opération permet de trier un ensemble de particules selon leur dimension en utilisant un ou plusieurs tamis. Il y a deux types de tamissage :

***Tamissage à sec :*** une série de tamis empilés verticalement selon les ouvertures de tamis qui décroissent de haut en bas. L'échantillon sec pesant entre 200 et 300 g est introduit sur le tamis du haut et le montage entier est soumis à un mouvement de secousse horizontale et verticale.

***Tamissage humide :*** est réalisé lorsque l'échantillon à analyser peut présenter une fraction importante de particules fines. Cette opération a pour but d'éviter la formation d'agrégat à l'aide d'un jet d'eau.

Le tamissage humide ou à sec est une préparation par gravimétrie qui repose sur la différence des poids spécifiques des minéraux.

**Attrition :**

L'attrition consiste à brasser très énergiquement une pulpe concentrée en particules solides en suspension dans un liquide (Eau). Lors de l'attrition, les particules subissent un frottement intensif les uns contre les autres, ce qui mène au nettoyage de la surface. A l'issue de l'attrition une séparation granulométrique permet l'élimination de particules non désirées qui constituent les boues de lavage.

**Broyage :**

Est une opération qui permet de transformer un échantillon en fines particules pour faciliter les opérations des analyses chimiques.

➤ **Le procédé de flottation :**

C'est un procédé de traitement de minerais, qui a pour but la séparation des minéraux de valeur des minéraux sans valeur on se base sur les différences de leurs propriétés superficielles.

Le principe de la flottation est basé sur les propriétés hydrophobes et hydrophiles des solides. Ces propriétés peuvent être naturelles ou stimulées à l'aide d'un réactif de flottation bien définie, qui est introduit dans l'eau où baignent les particules solides. Puis une introduction d'air par un fort débit produit des petites bulles, il se produit un transport sélectif des particules hydrophobes.

De sorte que les fines particules qui présentent des surfaces hydrophobes se fixent aux bulles d'air lorsqu'elles entrent en collision et elles se trouvent remontées à la partie supérieure tandis que les minéraux de valeur à surface hydrophile restent dans la pulpe.

Ce phénomène est dû à la grande affinité des surfaces hydrophobes pour l'air.

En effet, les minéraux de valeurs se mouillent naturellement mieux que les minéraux sans valeur, donc ces derniers constituent la couche de mousse (rejet) et les minéraux de valeur restants dans la pulpe (le concentré).

Ce type de flottation est appelée flottation inverse. [5]

Pour mon stage de fin d'études, je l'ai effectuée dans cette partie du centre vue que le projet est de mettre au point d'un procédé de consolidation des boues de lavage des phosphates.

### **Laboratoire d'analyses chimiques**

Pour ce laboratoire son activité se porte sur :

- ✓ Analyse chimiques des cargaisons des phosphates
- ✓ Analyse des échantillons de recherche minéralurgique
- ✓ Analyse des échantillons de prospection géologique
- ✓ Recherche Analytique et mise au point des méthodes de dosage
- ✓ Instauration du système d'assurance qualité au laboratoire d'analyse

Les méthodes d'analyses réalisées sont des méthodes normalisés (ISO, CEE) ou des méthodes validées en internes ainsi que les réactifs utilisés sont de qualité pure et les solutions standards certifiées.

Les analyses effectuées :

<b>Techniques Instrumentales</b>	<b>Techniques Classiques</b>
<b>ICP</b> Al,Fe,Mg,K,Na,S,Ca,Cd,Mn,Zn,Sr,Mo,As, U,V,Terres rares	<b>Gravimétrie</b> H <sub>2</sub> O, P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
<b>SAA</b> Si,Al,Fe,Mg,K,Na,Cd,Zn	<b>Volumétrie</b> CaO, Carbone organique, CO <sub>2</sub>
<b>AutoAnalyseur de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b> P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	<b>Electrode spécifique</b> Fluor
<b>Titrateur des Chlorures</b> Cl	

**Tableau1 : Les techniques d'analyse effectuées au centre R&D**

## Chapitre 2

### Etude Bibliographique

- I. Description du processus de traitement des phosphates
- II. Mode de gestion des boues actuel
- III. Généralités sur la floculation
- IV. Généralité sur les plans d'expériences

Dans ce chapitre, nous allons situer notre projet. D'abord nous allons présenter le processus de traitement des phosphates avec ces différentes phases (débouillage, criblage, cyclonage, broyage, la flottation, la floculation et la décantation). Nous allons montrer l'origine des boues traitées. Ensuite nous allons présenter le mode de gestion des boues utilisé actuellement. Aussi nous allons présenter un rappel sur la floculation qui est la méthode proposée pour la consolidation des boues dans notre projet.

Enfin, nous allons présenter quelques généralités sur les plans d'expériences (Criblage et Plan de surface de réponse) utilisés au cours de cette étude.

## I. Minerai traité :

Le minerai de phosphate est caractérisé par sa teneur en BPL (Bone Phosphate of Lime) qui signifie : phosphate des os à base du calcium. Donc en fonction de sa teneur en BPL, le phosphate est classé en différentes qualités sources :

<i>Qualités sources</i>	<i>% BPL</i>
Super Haute Teneur <b>SHT</b>	PBL > 75
Très Haute Teneur <b>THT</b>	73 < PBL < 75
Haute Teneur Normale <b>HTN</b>	71.5 < PBL < 73
Haute Teneur Moyenne <b>HTM</b>	69.5 < PBL < 71.5
Moyenne Teneur <b>MT</b>	68 < PBL < 69.5
Basse Teneur Riche <b>BTR</b>	65 < PBL < 68
Basse Teneur Normale <b>BTN</b>	63 < PBL < 65
Basse Teneur Pauvre <b>BTP</b>	61 < PBL < 63
Très Basse Teneur <b>TBT</b>	56 < PBL < 61
Podzolisé <b>PDZ</b>	PBL < 56

**Tableau 2 : Les qualités sources en fonction du pourcentage en BPL**

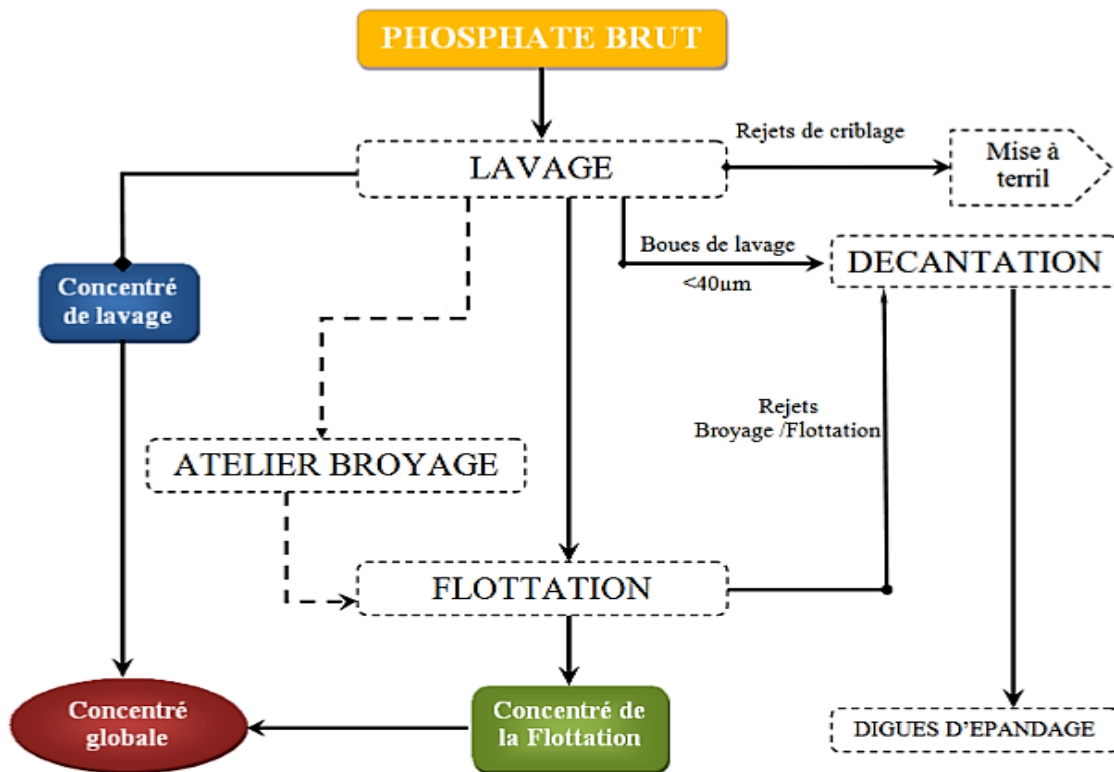
Les qualités sources : SHT, THT, HTN, HTM et MT sont considérées comme des qualités marchandes sans enrichissement. Par contre, les qualités sources : BT, TBT et PDZ doivent subir un enrichissement avant leur utilisation dans la fabrication des qualités marchandes.

## II. Le processus de traitement des phosphates :

Le Centre de Recherche et Développement des Phosphates minéraux (CERPHOS) a développé un procédé pour l'enrichissement des minerais phosphatés à basse teneur en BPL. En effet, le procédé est constitué de cinq étapes : lavage, flottation, décantation, stockage des boues et séparation solide-liquide (figure 6). [6]

L'enchaînement des étapes de traitement des phosphates à la laverie de Youssoufia est présenté dans le schéma de la figure 6 ci-dessous :





**Figure 6 :** Les principales phases de traitement des phosphates à la laverie de Yousseoufia

La laverie de Yousseoufia a été créé en 2005 et composée de :

- Trois lignes de lavage ;
- Trois lignes de flottation intégrées aux lignes de lavage pour l'enrichissement des rejets fins issus du lavage ;
- Deux décanteurs permettant la récupération de l'eau.

### 1. Procédés de lavage :

Le but du lavage est l'enrichissement du minerai en éliminant les tranches pauvres en PBL par simples coupures granulométrique. Ces opérations peuvent être réalisées par criblage à 3150  $\mu\text{m}$  pour éliminer les gros grains. Cette tranche granulométrique est constituée majoritairement d'agglomérat de calcaire et de silice. Le cyclonage élimine les particules fines ( $<40\mu\text{m}$ ) constituées majoritairement d'argile.

Ce traitement comporte une multitude d'étapes :

#### a) **Débourbage**

C'est une opération consiste à malaxer le minerai de phosphate mis en pulpe dans un débourbeur tournant, afin de libérer par attrition les grains phosphatés de leurs gangues argilo-calcaire.

#### b) **Criblage**

La pulpe ainsi formée au niveau du débourbeur, passe au crible par débordement pour subir un traitement physique ; il s'agit de la première coupure qui consiste à éliminer les particules de dimensions supérieures à 3,15mm. L'opération est réalisée au moyen d'un crible vibrant, constitué d'une surface comportant des ouvertures de dimensions bien calibrées.

L'opération du criblage est facilitée par un système d'arrosage par l'eau sous pression, pulvérisée par les buses, afin de libérer les grains phosphatés adhérents à la surface du crible.

### **c) Hydro-cyclonages :**

Les hydrocyclones sont des classificateurs centrifuges statiques de forme cylindro-conique, alimentés tangentiellement sous pression dans leur partie cylindrique, avec une sortie tubulaire de surverse dans l'axe de leur partie cylindrique et une ouverture de sousverse à la pointe du cône.

La pulpe alimentant le cyclone est introduite tangentiellement dans la chambre d'alimentation cylindrique. La force centrifuge peut alors atteindre 1 000 N. Le flux qui en résulte peut-être schématisé par une spirale descendante externe complétée par une spirale ascendante interne. La spirale externe dirige les particules les plus grosses vers la sousverse, alors que la deuxième spirale permet l'évacuation des fines vers la surverse. L'hydrocyclone peut fonctionner soit comme un classificateur, soit comme un épaisseur.

Dans le cas d'utilisation en classificateur, la spirale centrale ascendante est traversée par une colonne d'air axiale.

#### **✓ L'hydro-classification**

L'hydro-classification se fait en trois parties, par trois hydrocyclones, EHD, HD et BH.

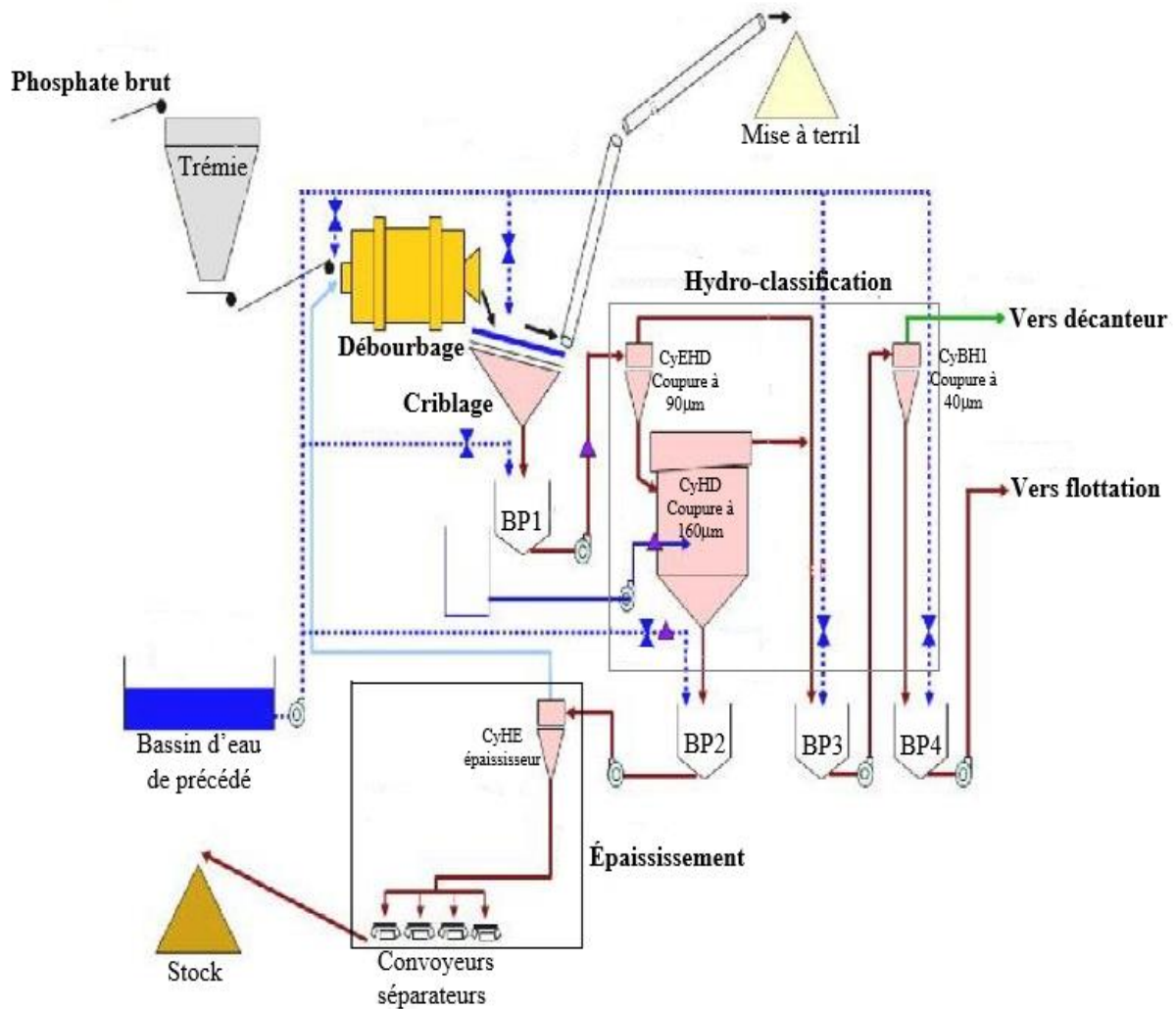
Une première coupure à 90 $\mu$ m est réalisée par l'hydrocyclone EHD qui est alimenté tangentiellement par la pompe PP1. Sa sousverse de granulométrie supérieure 90 $\mu$ m alimente l'hydrocyclone HD qui effectue une deuxième coupure à 160 $\mu$ m.

Les surverses d'EHD et HD est récupéré dans le bac à pulpe BP3 qui alimente l'hydro-cyclone BH qui réalise la troisième coupure à 40 $\mu$ m. Sa surverse de granulométrie inférieure à 40 $\mu$ m est envoyée vers le décanteur, tandis que sa sousverse de granulométrie supérieure à 40 $\mu$ m est acheminée vers l'unité de flottation.

#### **✓ Epaisseur**

L'épaississement consiste à séparer l'eau et le solide, il est effectué par le cyclone HE qui est alimenté par la sousverse du cyclone HD de granulométrie supérieure à 160 $\mu$ m. L'eau séparée est évacuée par la surverse vers le débourbeur, tandis que Le solide est envoyé sur les convoyeurs séparateurs vers l'unité de stockage.

En effet, La tranche du phosphate sortant de l'hydrocyclone HE doit être drainée pour récupérer le maximum d'eau avant son stockage, pour se faire, on utilise des convoyeurs séparateurs, composées d'une partie horizontale et d'une autre inclinée. Le produit est envoyé sous forme d'un gâteau égoutté ayant une humidité de 23% à 25% au niveau de la partie inclinée du convoyeur. L'eau est éliminée par débordement dans la zone de séparation.



**Figure 7 :** La phase de lavage des phosphates à la laverie de Youssoufia

#### d) Broyage

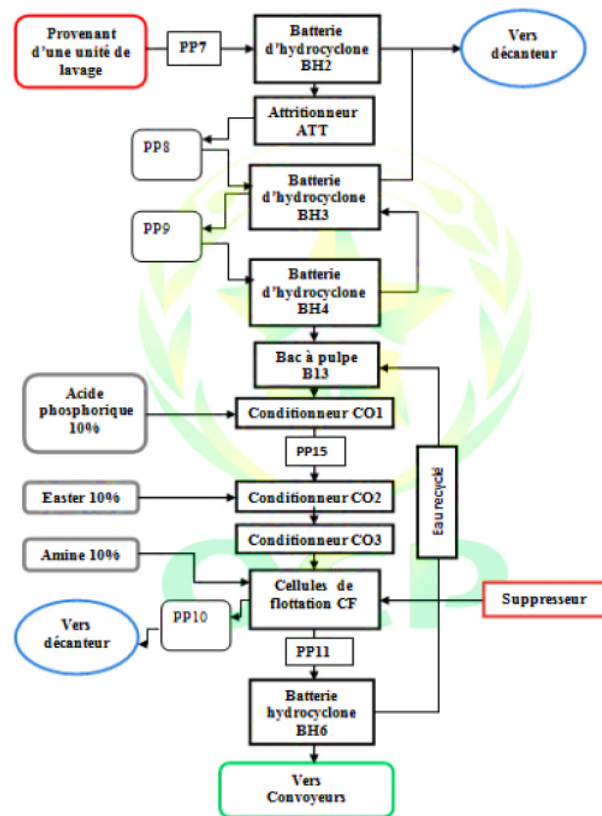
Le broyage est l'opération qui consiste à réduire les dimensions des grains, afin de libérer les constituants du minerai les uns des autres dans le but de faciliter la séparation par la suite. Le

procédé de broyage humide a été installé pour produire une tranche granulométrique destinée à être enrichi par flottation.

## 2. Flottation

Le principe de la flottation est basé sur les propriétés hydrophobe et hydrophile des surfaces des solides. Ces propriétés sont généralement stimulées par des réactifs. En effet, à la fin de la phase conditionnement, la surface des particules solides que l'on désire séparer est seule devenue hydrophobe à l'aide des réactifs appropriés ajoutés à la pulpe qui sont :

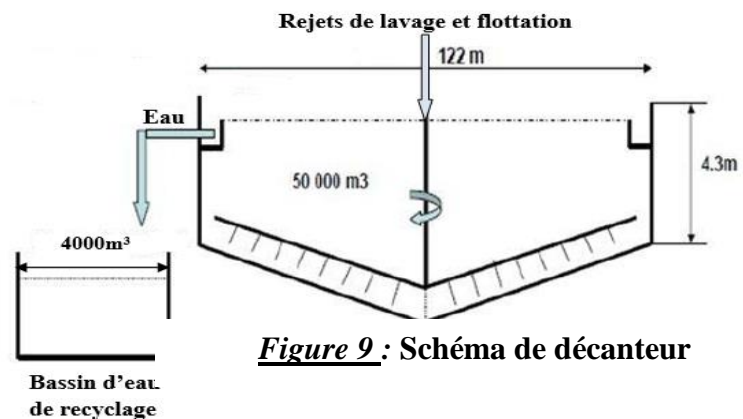
- L'acide phosphorique pour déprimer le phosphate afin de flotter les carbonates.
- L'ester pour collecter les carbonates.
- L'amine pour collecter les silicates.



**Figure 8 : Schéma de la flottation**

## 3. Décantation

Les grains inférieurs à 40µm et les rejets de la flottation sont envoyés vers les décanteurs qui servent à épaissir les boues et récupérer une eau clarifiée. Cette récupération se base sur le phénomène de la sédimentation des particules dans un milieu aqueux, avec une vitesse de chute qui varie suivant leurs densités. Il y a donc un mouvement des particules vers le fond du décanteur et une remontée du liquide clair vers la surface.



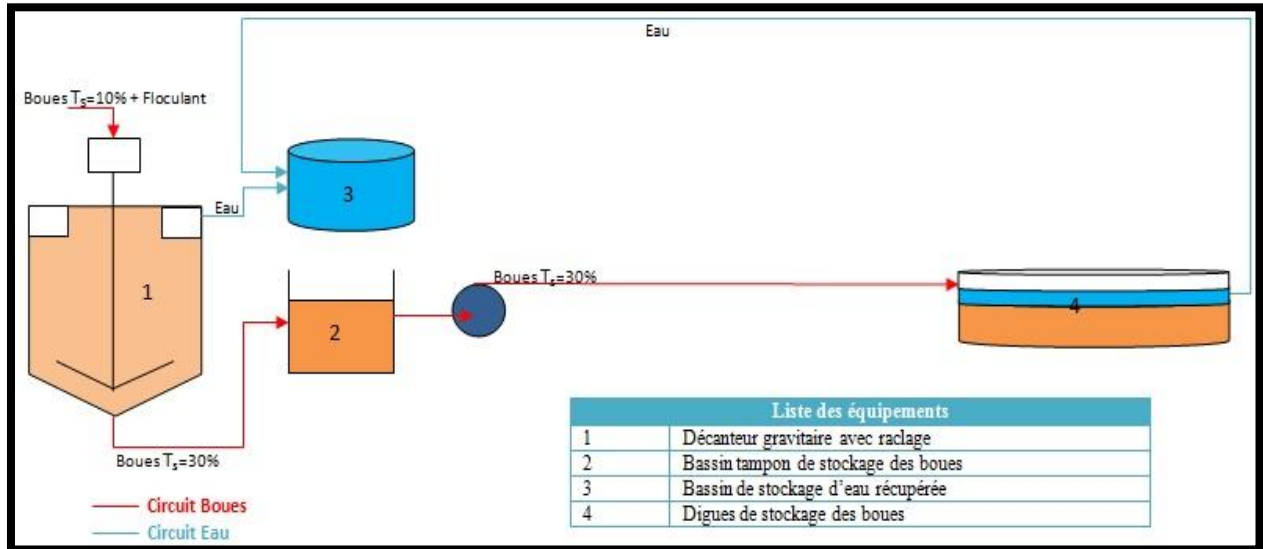
**Figure 9 : Schéma de décanteur**

Cependant, la séparation solide-liquide dans le décanteur recevant les rejets fins provenant du lavage et de la flottation ne peut en aucun cas être totalement assurée par la seule opération de décantation. Elle est améliorée par l'ajout de floculant à l'alimentation car le décanteur a pour rôle de fournir à la fois des sur-verses claires et des boues riches en solides.

Actuellement, ces décanteurs permettent de récupérer jusqu'à 80% d'eau.

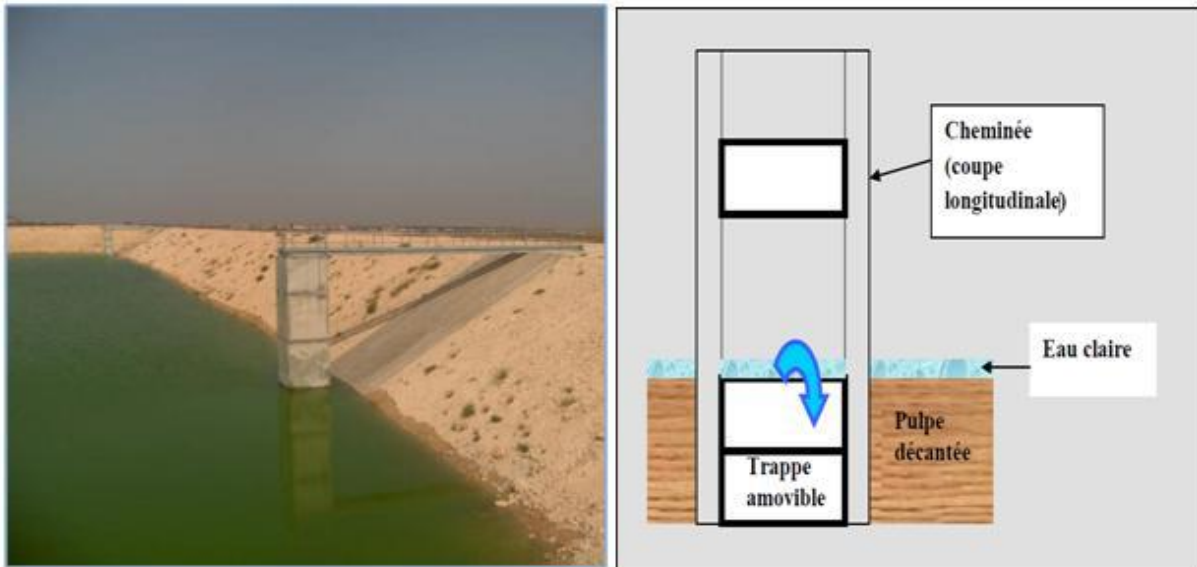
### III. Le mode de gestion de boues actuel :

Les boues issues de la décantation et de la floculation sont collectées dans des cuves appelées bassins de stockage, puis pompées dans des conduites en acier de 400mm de diamètre vers des bassins d'épandage ou bien des digues avec un débit de 700m<sup>3</sup>/h.



**Figure 10 :** le schéma d'acheminement des boues vers les bassins de stockage

Les bassins d'épandage comportent chacune des points d'alimentations en boue et des cheminées par laquelle se fait la récupération d'eau vers les bassins de stockage d'eau par gravité. La récupération d'eau de ces digues se fait par une sédimentation naturelle.



**Figure 11 :** Une digue et le schéma de fonctionnement d'une cheminée

Ce mode ne permet de récupérer que 6% d'eau, en plus ces bassins se remplissent rapidement ce qui augmente la demande en d'autres bassins.

Dans la laverie de Youssoufia, il y'a dix bassins d'épandage, selon un rapport de 2015 huit sont déjà remplis et deux sont en cours d'utilisation. La surface totale de terre exploitée actuellement pour le stockage des boues est de 161 ha. Ce chiffre très alarmant, il oblige l'entreprise à la recherche d'autres solutions alternatives pour réduire l'utilisation des bassins.

#### IV. **Généralités sur la floculation :**

##### **1. Floculation**

La floculation est un phénomène physico-chimique qui permet l'agrégation des colloïdes stables pour former des agrégats intitulés floes. La formation des floes se fait par l'ajout des réactifs chimiques. Ces derniers sont appelés floculants.

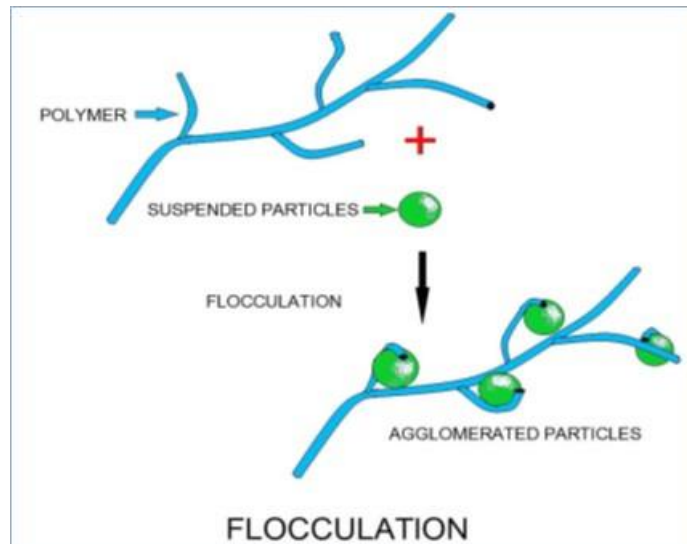
Les floculants utilisés par le groupe OCP sont des polyélectrolytes. Ils se différencient les uns des autres par leur masse molaire moyenne, mais surtout par le signe de la charge (anionique ou cationique) et le degré d'anionicité.

La floculation joue un rôle important dans le recyclage des eaux industrielles, par clarification et augmentation de vitesse de décantation des boues. La formation rapide des floes favorise la sédimentation des particules dans un temps réduite.

##### **2. Les floculants**

###### **a) Utilisation des floculants**

Les floculants sont ajoutés pour favoriser l'agglomération des particules ultrafines contiguës et obtenir des floes de densité et granulométrie importantes. Si les floculants inorganiques sont disponibles et utilisés depuis longtemps, le développement des floculants à base de polymères organiques (figure 12), notamment les polyélectrolytes de synthèse, a présenté une grande avancée dans le processus de floculation. Ainsi par rapport aux électrolytes minéraux classiques (sels de fer et d'aluminium), les floculants organiques de synthèse présentent plusieurs avantages ; très bonne efficacité et un grand rendement.



**Figure12 : la procédure de la flocculation**

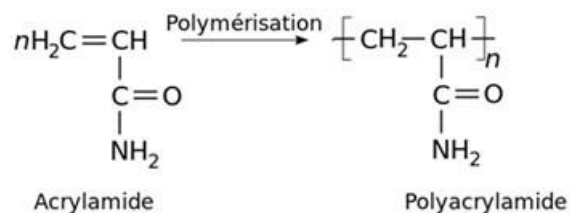
Parmi ces flocculants organiques, les polyacrylamides sont actuellement les flocculants les plus utilisés. En plus, l'utilisation de ces flocculants permet la réduction du nombre et des surfaces des bassins de stockage (les digues) ainsi que le volume de boues produites.

**Remarque**

Dans notre étude, le flocculant utilisé est un polymère, donc dans ce qui suit on va parler que des flocculants de type polymère ou polyélectrolyte et plus précisément les polyacrylamides.

**b) Propriétés des polyacrylamides**

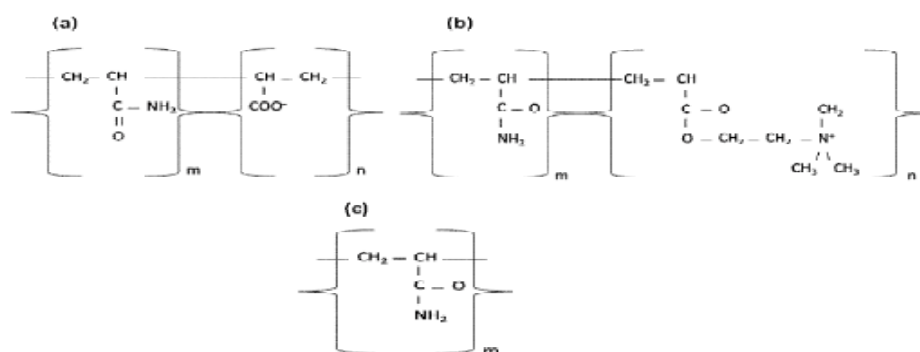
L'acrylamide est le monomère utilisé dans la production du polyacrylamide. Pendant le processus de polymérisation, la double liaison vinylique initialement présente dans les monomères d'AMD, est éliminée.



Les polymères de PAM ainsi produits sont relativement inertes chimiquement dans les conditions normales, même si le groupement amide du PAM peut subir des réactions d'hydrolyse et produire de l'ammoniac ou un acide carboxylique.

Les PAM peuvent être produites sous forme cationique, anionique ou non ionique. Les PAM non ioniques contiennent uniquement des unités d'AMD. Les PAM cationiques sont produites par copolymérisation de l'acrylamide et du diméthylaminoéthyl acrylates. Les PAM

anioniques sont synthétisés par copolymérisation de l'acrylamide et de l'acide acrylique ou par hydrolyse du groupement amide du PAM. Le pourcentage des copolymères chargés (diméthylaminoéthyl acrylates ou acide acrylique) introduits dans la chaîne du polymère détermine sa densité de charge. Cette densité de charge reflète l'intensité de la charge positive ou négative portée par le PAM, et représente une propriété importante à prendre en compte lors du choix du floculant, en fonction de la matrice à traiter (Sharma et al. 2006, Steven Green & Stott 2001).



**Figure 13 : Structure des PAM (a) anioniques, (b) cationiques et (c) non ioniques**

En plus de la densité de charge, le poids moléculaire est la seconde propriété à considérer. Le poids moléculaire ( $M_w$ ) des PAM linéaires commercialisés s'étend de 1 à 30 millions de grammes par mole (g/mol). Un haut poids moléculaire a un grand impact sur l'efficacité des floculants de type PAM. En effet, une seule molécule de polymère peut adsorber plusieurs particules en même temps.

En se basant sur la  $M_w$ , les industries des coagulants et des floculants ont proposé une classification des PAM, présentée dans le tableau 3 (Barvenik 1994).

Classification	Masse (g /mol)
Faible MW	$< 10^5$
Moyen MW	$10^5 - 10^6$
Haut MW	$1 - 5 \times 10^6$
Très haut MW	$> 5 \times 10^6$

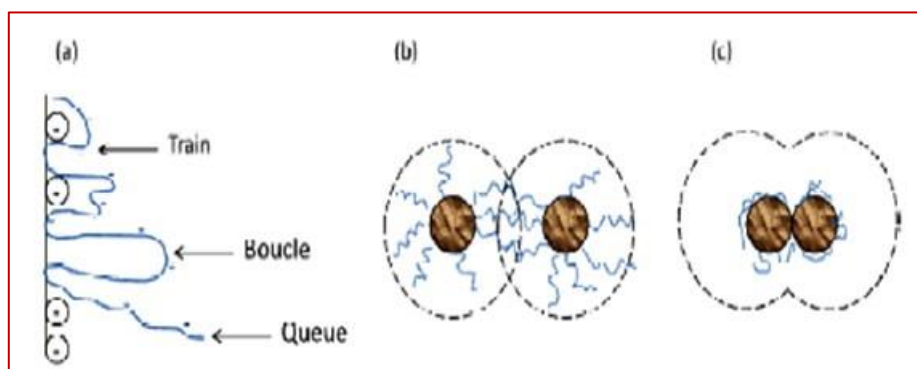
**Tableau 3 : Classification des floculants MW**

#### a) Mécanisme de floculation des PAM utilisé dans notre étude

Le mécanisme mis en jeu lors de la floculation des particules colloïdales sous l'action des PAM, dépendamment des propriétés des particules présentes dans l'eau et surtout les propriétés des PAM utilisés. Dans notre étude c'est la floculation par adsorption physicochimique



des PAM. Ce mécanisme de floculation fait intervenir des PAM anioniques. Il se traduit par une adsorption des segments de la chaîne du polymère sur plus d'une particule, les liants ainsi les unes aux autres. En effet, quand le PAM est en contact avec une particule colloïdale, certains de ses groupements fonctionnels s'adsorbent à la surface de la particule tandis que d'autres régions du PAM restent libres en solution. Il en résulte une adsorption du PAM en « séries de boucles » (segments s'étendant en solution) et « trains » (segments adsorbés à la surface). Les segments étendus du PAM peuvent adsorber d'autres particules colloïdales présentes dans la solution pour former des agrégats de particule-polymère-particule où le PAM joue le rôle de pont (Sharma et al. 2006). Les PAM anioniques mis en jeu présentent généralement un très haut poids moléculaires (3-30 millions g/mol).



**Figure 13** : Mécanisme de floculation par adsorption physicochimique (a) Adsorption du PAM aux particules colloïdales (b) Agrégation et liaison des particules par l'intermédiaire du PAM (c) Floculation

## V. Généralités sur la méthodologie des plans d'expériences :

Traditionnellement, un chercheur effectue des expériences de manière séquentielle en faisant varier les paramètres les uns après les autres. Cette méthode donne des résultats mais elle est coûteuse en temps et nécessite la réalisation d'un grand nombre d'expériences. Les méthodes d'analyses de données permettent de collecter, résumer et de présenter des données de façon à en tirer le maximum d'informations pour la suite des expériences.

Pour mener une recherche expérimentale planifiée, la méthodologie des plans d'expériences est utilisée. Cette démarche aide l'expérimentateur à bien structurer sa recherche de manière différente, à valider ses propres hypothèses, à mieux comprendre les phénomènes étudiés et à solutionner les problèmes.

### 1. Définition

Selon la norme ISO 3534-3, les plans d'expériences constituent essentiellement une stratégie de planification d'expériences afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière

efficace et économique. La méthodologie des plans d'expérience se base sur le fait qu'une expérience convenablement organisée, conduira fréquemment à une analyse et à une interprétation statistique relativement simple des résultats.

La méthode des plans d'expériences cherche à déterminer et à établir les liens existant entre 2 types de variables :

- Les facteurs : grandeurs modifiables par l'expérimentateur, sensées influencer sur les variations de la réponse.
- La réponse : grandeurs étudiées ou grandeurs de sortie ;

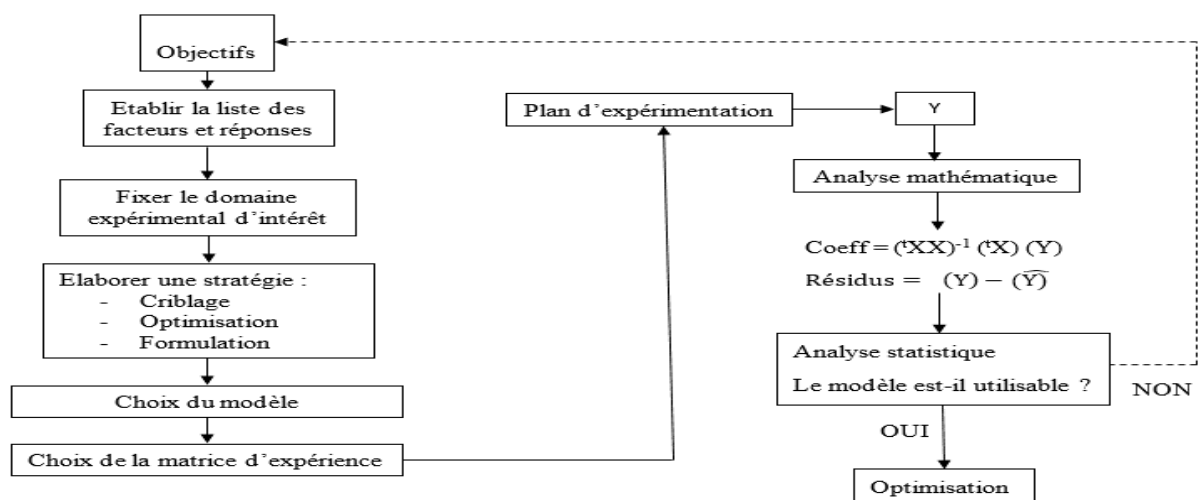
Elle permet également de lier les facteurs entre eux (interaction).

❖ **Les entrées (facteurs)**

Un paramètre d'entrée d'un système (variable d'entrée) est appelé facteur X. Ce facteur est une cause possible de la variation de la réponse Y. Le choix d'un facteur se fait souvent en plusieurs phases : une phase 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.

❖ **Les sorties (réponses)**

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 non maîtrisées. 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. [7]



**Figure 15 :** Démarche d'utilisation des plans d'expériences

### ○ Plan de criblage

Le premier type de criblage étudié ici consiste à déterminer si, pour chaque facteur envisagé, le passage d'un niveau à un autre provoque une modification significative de la (les) réponse(s) mesurée(s). Le criblage est recherché rapidement, parmi un ensemble de facteurs potentiellement influents, ceux qui le sont effectivement dans un domaine expérimental choisi.

Le modèle choisi est de 1<sup>ER</sup> degré :  $Y = a_0 + \sum_{i=1}^N a_i x_i$

### ○ Plans de surfaces de réponse

Les plans pour surfaces de réponse permettent d'établir des modèles mathématiques du second degré :  $Y = a_0 + \sum_{i=1}^N a_i x_i + \sum_{i=1}^N a_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j}^N a_{ij} x_i x_j$

Ils sont utilisés pour les facteurs continus.

Il existe plusieurs types de plans de surface de réponse dont les principaux vont être décrits ci-après :

#### **Plan composite centrée**

Un plan composite centré est constitué de trois parties :

- Un plan factoriel dont les facteurs prennent deux niveaux.
- Au moins, un point expérimental situé au centre du domaine d'étude.
- Des points axiaux, qui sont situés sur les axes de chacun des facteurs.

#### **Plan de Doehlert**

La caractéristique principale des plans de Doehlert est d'avoir une répartition uniforme des points expérimentaux dans l'espace expérimental. Tous les points sont à la même distance du centre du domaine d'étude et sont situés sur le cercle trigonométrique. Ils forment un hexagone régulier.

#### **Plan de box-behnken**

Les points expérimentaux sont au milieu des arêtes de chacun des côtés du cube. Les plans de Box-Behnken répondent à un critère d'optimisation particulier : l'erreur de prévision des réponses est la même pour tous les points d'une sphère centrée à l'origine du domaine expérimental. C'est le critère d'isovariance par rotation.

## **2. Traitement des résultats du plan d'expérimentation**

Il faut qu'on mène les expériences en respectant le plan d'expérimentation. Cette étape est très importante, puisque c'est de la bonne réalisation des expériences que l'on pourra tirer les informations capitales qui seront exploitées par la suite.

Les résultats issus après réalisation du plan d'expérimentation choisi, sont traités à l'aide d'un logiciel de calcul appelé Nemrodw.

➤ **Validité du modèle :**

Pour la validité du modèle, il faut vérifier les 4 conditions suivantes (Tests) :

<p><b>L'analyse de la variance ANOVA</b></p> <p>ANOVA1 : une comparaison de la variance due à la régression avec la variance résiduelle qui se traduit par la recherche d'un lien significatif entre les variables et la réponse.</p> <p>ANOVA2 : Test de manque d'ajustement du modèle c'est une comparaison de l'erreur due au modèle (VLOF) avec l'erreur pur (VPE)</p>	<p>ANOVA 1 signicativité &lt; 5%</p> <p>ANOVA2 signicativité &gt; 5%</p>
<p><b>Le coefficient de détermination R<sup>2</sup></b></p>	<p>R<sup>2</sup> &gt; 0,8</p>
<p><b>Le coefficient de détermination ajusté R<sup>2</sup>ajs</b></p>	<p>R<sup>2</sup>ajs &gt; 0,7</p>
<p><b>L'analyse des résidus</b></p>	<p>Une distribution aléatoire normale des points ou bien la droite d'Henry bien alignée</p>

**Tableau 4 : Les tests à vérifier pour valider le modèle**

## Chapitre 3

Etude de la consolidation  
des boues des phosphates  
par floculation par  
méthodologie des plans  
d'expériences

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats des études réalisés au cours de ce stage. Des travaux antérieurs [4] ont montré que le choix du flocculant à un rôle important sur le taux de récupération de l'eau des boues issues des eaux de lavage lors d'enrichissement d'un minerai phosphaté. Cependant, Il nous semble intéressant d'évaluer les effets des paramètres procédés sur le taux de récupération d'eau pour un flocculant donné. Nous allons utiliser, dans un premier temps, un plan de criblage pour évaluer l'impact de plusieurs paramètres sur le procédé de floculation utilisé à la laverie de Youssoufia. Ensuite nous allons essayer de trouver un modèle mathématique validé, afin de trouver le réglage des paramètres procédé qui permettent une récupération maximale d'eau.

## **I. Le mode opératoire de consolidation des boues des phosphates par floculation :**

- Matériels :
  - Eprouvettes
  - Balance analytique
  - Des cuves métalliques
  - Etuve
  - Diviseur d'échantillon
  - Béchers
  - Barreaux magnétiques
  - Agitateur magnétique
  - Entonnoirs
  - Fioles jaugées de 500ml
  - Trémies de 250µm
  - Fonds de trémis
  - Agitateur malaxeur
  - Chronomètre
- Produits :
  - Boues de lavage et de flottation des phosphates
  - Floculants
  - Eau pour préparation des floculants
- Calcul du taux de solide

Le taux de solide est défini comme le pourcentage de la matière sèche. Elle s'exprime généralement en pourcentage pondéral.

$$\text{Taux de solide} = \frac{m_{\text{Solide}}}{m_{\text{Pulpe}}} \times 100$$

Pour déterminer le Taux de solide, nous avons rempli trois capsules avec de la pulpe, ces capsules sont mises dans un four de séchage à 100°C pendant 24h.



**Figure15 : Le taux de solide**

m <sub>pulpe</sub> en g	m <sub>solide</sub> en g	Taux de solide en %
268	80,5	30,04
228,4	68,6	30,04
281,6	84,6	30,04

**Tableau 5 : Taux de solide pour le plan de criblage**

- Le taux de solide est égal à 30,04%.

Puisque le taux de solide de la boue utilisée peut changer (évaporation), on devrait à chaque plan le vérifier.

m <sub>pulpe</sub> en g	m <sub>solide</sub> en g	Taux de solide en %
217,6	66,2	30,42
229,9	70,2	30,53
277,3	84,4	30,44

**Tableau 6 : Taux de solide pour le plan de surface de réponse**

- Le taux de solide est égal à 30,46%.

- Préparation de flocculant

Les flocculants utilisés dans ce mode opératoire nécessitent un temps de maturation de moins d'une heure avant leur utilisation.

Pour préparer ces flocculants, nous avons pesé avec précision à l'aide d'une balance de précision une masse de 0.5g de chaque flocculant, celles-ci sont versées dans des bécher de 100ml

remplis à mi-hauteur d'eau et placés sous agitation magnétique. Les mélanges flocculant-eau sont laissés sous agitation pendant une heure.

Après maturation, les mélanges sont versés dans des fioles jaugées de 500ml, les volumes sont ajustés avec de l'eau jusqu'au trait de jauge.

Les flocculants préparés précédemment ont une concentration de 1g/l. Pour atteindre une concentration de 0.4g/l, il faut juste procéder à une simple dilution.

### Calcul de volume nécessaire pour préparer des solutions de 0.4g/l

$$C_i V_i = C_f V_f \rightarrow V_i = \frac{C_f V_f}{C_i}$$

$$\text{AN: } C_i = 1\text{g/l}$$

$$V_f = 500\text{ml}$$

$$C_f = 0,4\text{g/l}$$

Or :  $V_i = 200\text{ml}$

Dans des fioles jaugées de 500 ml, nous avons donc introduit 200ml de flocculant (1g/l) et nous avons complété avec de l'eau jusqu'au trait de jauge.

## II. Evaluation des effets des paramètres par plan de criblage :

Le plan de criblage nous permet de déterminer les effets des facteurs sur la réponse (le taux de récupération d'eau). En d'autres termes consiste à déterminer si, pour chaque facteur envisagé, le passage d'un niveau à un autre provoque une modification significative de la réponse mesurée.

Notre choix s'est porté sur l'étude de 4 paramètres :

- X1 : La consommation spécifique CS (g/t)
- X2 : Concentration volumique CV (g/l)
- X3 : Le poids moléculaire du flocculant PM ( $10^6$  g / mole)
- X4 : Anionicité du flocculant AN (% mole)

### ▣ Le domaine expérimental

	Consommation spécifique (g/t)	Concentration volumique (g/l)	Poids moléculaire ( $10^6$ g/mol)	Anionicité (% mol)
Niveau bas	300	0,4	14	24
Niveau haut	500	1,0	24	40

**Tableau 7 : Le domaine expérimental de chaque paramètre**



Le domaine expérimental pour la consommation spécifique et la concentration volumique est imposé, alors que le poids moléculaire et l'anionicité leurs domaines expérimentaux sont décidés après la consultation du fabricant.

Le plan selon lequel les expériences (les essais) sont planifiés est **la matrice D'Hadamard**.

Tout d'abord, il faut calculer le volume de floculant a ajouté selon l'exemple suivant :

✓ **Exemple de calcul du premier essai :**

Nous allons calculer la masse de solide pour un litre de boue

Le pesage d'1l de boue trois fois a permis d'établir une moyenne de 1230g ( à chaque fois on prélève un nouveau volume) .

$$30\text{g de solide} \rightarrow 100\text{g de de boue}$$

$$x \rightarrow 1230\text{g de boue}$$

$$x = \mathbf{369\text{g/l}}$$

$$\text{Masse de floculant : } 500\text{g} \rightarrow 1\text{t}$$

$$m_f \rightarrow 400\text{ml} \times 369\text{g/l}$$

$$m_f = \mathbf{0.0738\text{g}}$$

Volume du floculant à injecter pour le premier essai :

$$1\text{g} \rightarrow 1\text{l}$$

$$m_f = 0.0738\text{g} \rightarrow V_{\text{floc}}$$

$$V_{\text{floc}} = \mathbf{73,8\text{ml}}$$

▣ **Le plan d'expérimentation**

N°Exp	Consommation spécifique (g/t)	Concentration volumique (g/l)	PM (10 <sup>6</sup> g/mol)	Anionicité (% mol)	Volume du floculant à injecter V <sub>floc</sub> (ml)
1	500	1,0	24	24	73,80
2	300	1,0	24	40	44,28
3	300	0,4	24	40	110,70
4	500	0,4	14	40	184,50
5	300	1,0	14	24	44,28
6	500	0,4	24	24	184,50
7	500	1,0	14	40	73,80
8	300	0,4	14	24	110,70

**Tableau 8 : Le plan d'expérimentation**

▣ **Le mode de réalisation de l'essai**

Nous allons donc prendre 400ml de boue d'enrichissement de phosphate sur laquelle on va ajouter une quantité de floculant préalablement calculée, l'agitation de la solution sera faite à l'aide d'un malaxeur fixé à faible vitesse.



**Figure16 : Malaxeur**

Le temps d'agitation sera fixé à 120 s en se basant sur les études déjà effectuées.



**Figure17 : la boue après ajout du flocculant et le malaxage**

Une opération de drainage de 30min sera faite à l'aide d'un tamis et un fond de tamis qu'on utilise pour récupérer l'eau des boues.



**Figure18 : Boues après drainage**



**Figure 19 : Mesure du volume de l'eau récupérée**

Puis on mesure le volume de l'eau récupérée dans le fond de tamis à l'aide d'une éprouvette.

Les résultats obtenus après la réalisation du plan de criblage sont présentés dans le tableau :

N°Exp	Consommation Spécifique	Concentration Volumique	Poids moléculaire	Anionicité	Taux de Récupération de l'eau
	g/t	g/l	10 <sup>6</sup> g/mol	% mol	%
1	500	1,0	24	24	3,27
2	300	1,0	24	40	10,43
3	300	0,4	24	40	8,56
4	500	0,4	14	40	22,05
5	300	1,0	14	24	7,51
6	500	0,4	24	24	7,45
7	500	1,0	14	40	18,02
8	300	0,4	14	24	14,40

**Tableau 9 : Les résultats des essais**

Le calcul du taux de récupération d'eau :

$$\text{Taux d'eau récupérée} = \frac{V_r - V_{\text{floc}}}{(1 - 0.304) \times 1230 \times 0.4}$$

Par exemple pour le premier essai :

$$\text{Taux d'eau récupérée} = \frac{85 - 73.8}{(1 - 0.304) \times 1230 \times 0.4} = 0.0327$$

### ▣ Interprétation des résultats

Les coefficients :

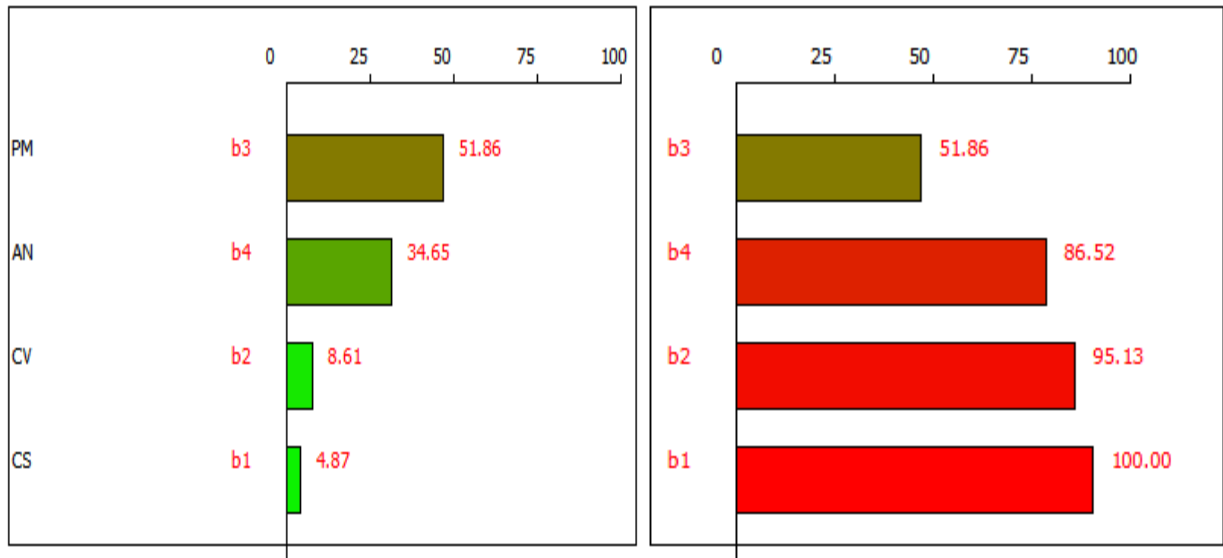
Facteur	Coefficient
<b>b 0</b>	11,387
<b>b 1</b>	1,230
<b>b 2</b>	-1,635
<b>b 3</b>	-4,012
<b>b 4</b>	3,280

**Tableau10 : Les coefficients de modèle**

Modèle :

$$Y = 11,387 + 1,230 X_1 - 1,635 X_2 - 4,012 X_3 + 3,28 X_4$$

Diagramme de Pareto



**Figure 20 : diagramme de Pareto simple et cumulé**

L'analyse des graphes de Pareto et Pareto cumulé représentés sur la figure 20 et de l'équation du modèle mathématique, livre les résultats suivants :

- ✓ Les facteurs suivants ont une influence négative sur la réponse : La concentration volumique et le poids moléculaire du floculant.
- ✓ Alors que, la consommation spécifique et l'anionicité du floculant ont un effet positif.
- ✓ Selon le diagramme de Pareto, Le poids moléculaire et l'anionicité du floculant ont une influence très importante sur la réponse, elle est de 86,52 %. Alors que les paramètres du procédé influent seulement à hauteur de 13,48 %.

### **III. Modélisation par application d'un plan de surface de réponse**

Pour chercher le réglage optimal de ces quatre paramètres, qui permet d'obtenir un taux maximum de récupération d'eau. Notre choix s'est porté sur le plan de surface de réponse. En effet ce plan permet de modéliser le phénomène étudié sous forme :

$$y = a_0 + \sum_{i=1}^N a_i x_i + \sum_{i=1}^N a_i x_i^2 + \sum_{i < j}^N a_{ij} x_i x_j$$

Il y a de nombreux plans utilisés pour planifier les essais. Cependant, trois plans sont les plus utilisés :

- Plan de Box-Behnken ;
- Plan de Deohlert ;
- Plan composite centré ;

Pour notre étude notre choix s'est porté sur le plan de **Box-Behnken**.

Nous avons voulu trouver le réglage des deux facteurs jugés influents dans le plan de criblage. Nous lui avons ajoutés les deux autres pour détecter d'éventuelles interactions.

#### ▣ Les facteurs étudiés

X1 : La consommation spécifique **CS** (g/t)

X2 : Concentration volumique **CV** (g/l)

X3 : Le poids moléculaire du floculant **PM** ( $10^6$  g / mole)

X4 : Anionicité du floculant **AN** (%mole)

#### ▣ Le domaine expérimental

	Consommation spécifique (g/t)	Concentration volumique (g/l)	Poids moléculaire ( $10^6$ g/mol)	Anionicité (% mol)
Niveau bas	300	0,4	3	4
Centre	400	0,7	13.5	22
Niveau haut	500	1,0	24	40
Pas de variation	100	0,3	10,5	18

**Tableau 11 : Le domaine expérimental de chaque paramètre**

#### ✓ Exemple de calcul du premier essai :

1l de boue pèse 1225,1g en moyenne.

30,46g de solide → 100g de de boue

x → 1225.1g de boue

**x = 373,16/l**

Masse de floculant : 300g →  $10^6$ g

$m_f$  →  $0,4l \times 373.16g/l$

**$m_f = 0.0448g$**

Volume du floculant à injecter pour le premier essai :

0.4g → 1l

$m_f = 0.0448g$  →  $V_{floc}$

**$V_{floc} = 111,95ml$**

## ▣ Le plan d'expérimentation

Les essais sont réalisés de la même manière que dans le plan de criblage. Nous représentons dans le tableau suivant le plan d'expérience. Nous lui avons ajouté la colonne réponse après réalisation des essais.

N°Exp	Consommation Spécifique	Concentration volumique	Poids Moléculaire	Anionicité	Taux récupération d'eaux
	g/t	g/l	10 <sup>6</sup> g/mol	%mole	%
1	300,00	0,40	13,50	22,00	13,44
2	500,00	0,40	13,50	22,00	16,67
3	300,00	1,00	13,50	22,00	7,24
4	500,00	1,00	13,50	22,00	10,11
5	300,00	0,70	3,00	22,00	3,43
6	500,00	0,70	3,00	22,00	7,30
7	300,00	0,70	24,00	22,00	9,36
8	500,00	0,70	24,00	22,00	7,30
9	300,00	0,70	13,50	4,00	3,43
10	500,00	0,70	13,50	4,00	5,74
11	300,00	0,70	13,50	40,00	12,48
12	500,00	0,70	13,50	40,00	16,04
13	400,00	0,40	3,00	22,00	7,72
14	400,00	1,00	3,00	22,00	7,90
15	400,00	0,40	24,00	22,00	3,98
16	400,00	1,00	24,00	22,00	6,34
17	400,00	0,40	13,50	4,00	5,23
18	400,00	1,00	13,50	4,00	5,40
19	400,00	0,40	13,50	40,00	3,93
20	400,00	1,00	13,50	40,00	14,45
21	400,00	0,70	3,00	4,00	12,39
22	400,00	0,70	24,00	4,00	2,72
23	400,00	0,70	3,00	40,00	10,83
24	400,00	0,70	24,00	40,00	14,58
25	400,00	0,70	13,50	22,00	11,45
26	400,00	0,70	13,50	22,00	10,83
27	400,00	0,70	13,50	22,00	10,52
28	400,00	0,70	13,50	22,00	7,71

**Tableau 12 : Les résultats des essais du plan de surface de réponse**

Le calcul du taux de récupération d'eau :

$$\text{Taux d'eau récupérée} = \frac{V_r - V_{\text{floc}}}{(1 - 0.346) \times 1225.1 \times 0.4} \times 100$$

Par exemple pour le premier essai :

$$\text{Taux d'eau récupérée} = \frac{155 - 111.95}{(1 - 0.346) \times 1225.1 \times 0.4} \times 100 = 13.44$$

**Modèle :**

$$Y=10.127 + 1.148 X1 +0.039 X2 - 0.441 X3 + 3.117 X4 +0.337 X11 - 0.930X22 - 2.000 X33 - 0.328 X44 - 0.090 X12 - 1.482 X13 + 0.312 X14 +0.545 X23 + 2.587 X24 + 3.355 X34$$

**Validité du modèle:**

Pour valider du modèle, il faut vérifier les 4 conditions suivantes :

- *L'analyse de la variance ANOVA*

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Significativité
Régression	247.8637	14	17.7045	1.2032	37.2
Résidus	191.2814	13	14.7140		
Validité	183.0405	10	18.3041	6.6634	7.3
Erreur	8.2409	3	2.7470		
Total	439.1451	27			

**Tableau 13 : Analyse de variance**

Le tableau de l'analyse de la variance (tableau 13) montre que le modèle postulé n'est pas validé et il ne permet pas de décrire le phénomène.

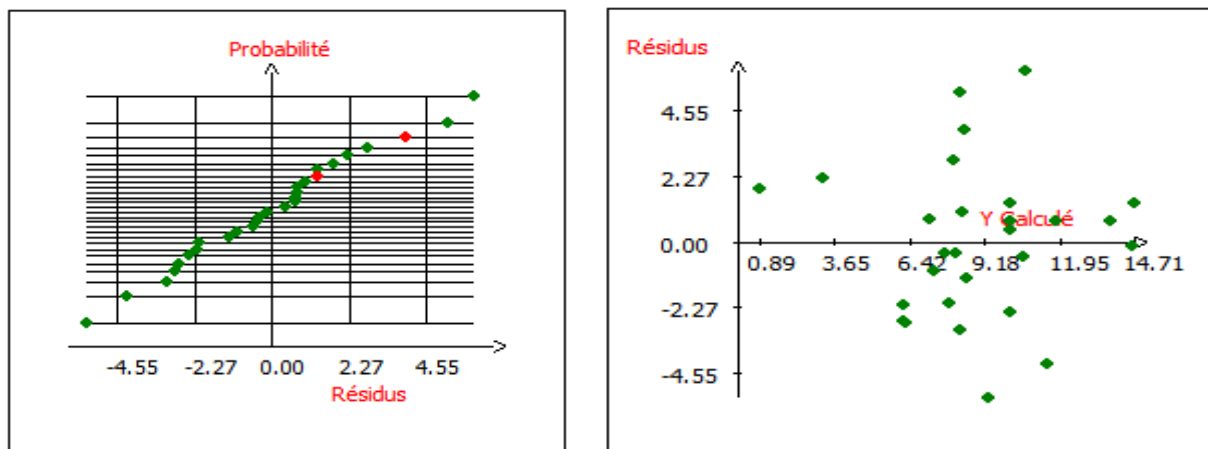
- *Les coefficients*

Les valeurs des coefficients de détermination et de régression multiple ajusté  $R^2$  et  $R^2_{ajs}$  sont très faible (Tableau 14). Il confirme les résultats de l'analyse de variance.

$R^2$	<b>0.564</b>
$R^2_{ajs}$	<b>0.095</b>

**Tableau 14 : Les coefficients de détermination**

- *L'analyse de la normalité des résidus*



**Figure 21 : Distribution des résidus**

Le graphe des résidus montre clairement que les résidus sont distribués normalement et par la suite il suit la loi normale.

→ D'après la vérification des 4 conditions, il paraît que **le modèle choisi n'est pas validé**.

### **Conclusion :**

Dans ce chapitre nous avons effectué deux plans d'expériences : un plan de criblage et un plan pour surface de réponse.

Le premier nous a permis de classer les paramètres procédés selon leurs poids sur le taux de récupération d'eau. A ce sujet nous avons remarqué clairement que le poids moléculaire et l'anionicité du flocculant ont une très grande influence sur la décantation. Les autres paramètres sont jugés sans influence.

Nous avons aussi remarqué que plus la taille du polyélectrolyte est faible plus la récupération est maximale. Aussi plus le polyélectrolyte présente une grande anionicité plus est meilleur.

Nous avons aussi cherché le réglage des paramètres capable de donner une décantation rapide. Malheureusement le modèle postulé n'est pas validé statistiquement.



## **Conclusion générale**

Le travail effectué dans le cadre de ce projet s'est focalisé sur une problématique d'une importance majeure pour le groupe OCP. En effet, le procédé d'enrichissement à l'OCP passe par un lavage de tous minerais. La demande mondiale en engrais est en parfaite croissance. Pour faire face l'OCP augmente continuellement sa production. La demande en eau suit la même loi. Ceci nous encouragé avec l'équipe de R&D mines du groupe OCP d'essayer de récupérer ces eaux de lavage.

Les eaux de lavage, trop chargées de boues, décantent difficilement. Nous nous sommes proposé d'y remédier en agissant sur les paramètres procédés et sur les réactifs.

D'abord, par un plan de criblage nous avons pu confirmer que le flocculant à un rôle primordial dans le procédé de la consolidation des boues des phosphates. En effet, le poids moléculaire et l'anionicité du flocculant influent à hauteur de 80% sur le procédé de décantation.

Ensuite, en utilisant le plan de surface de réponse pour optimiser les quatre facteurs qui sont la consommation spécifique, la concentration volumique, le poids moléculaire et l'anionicité afin d'augmenter le taux de récupération de l'eau, nous avons trouvé que le modèle postulé n'est pas validé statistiquement.

## **Bibliographie**

[1] : Rapport de stage « Mise au point d'une méthode d'analyse : les formes  $P_2O_5$  dans les boues », TALIB Houda, Faculté des sciences Ben M'SIK.

[2] : Site officiel du Groupe OCP [www.ocpgroup.ma](http://www.ocpgroup.ma)

[3] : Rapport annuel 2013 du Groupe OCP

[4] : Rapport de stage « Consolidation des boues de lavage et flottation des phosphates par floculation », EL AGRI Asmae, FST-Fès 2014-2015.

[5] : Rapport de stage « Application des nouvelles des molécules dans un procédé d'enrichissement d'un minerai de phosphate à gangue carbonée », A. NOUAIL, FST-Fès 2004.

[6] : Rapport de stage « Recyclage d'eau industrielle récupérée au niveau des digues de la boue de la laverie Youssoufia OCP », AYOUCHE & SALAMEDDINE, 2013

[7] : Thèse « Application de la méthodologie des plans d'expériences et de l'analyse de données à l'optimisation des processus de dépôt », Sandrine KARAM, Université de LIMOGES 2004