UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES

Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Production de l'acide phosphorique Au Maroc Phosphore III et I

Présenté par :

- **Mlle Khadija ARMEL**

Encadré par :

- **Mr. A. HARRACH**
- **Mr. I. EL GHOUWATI**

Soutenu Le 17 Juin 2010 devant le jury composé de:

- **Mr. H. SOUHA**
- **Mr. A. ZEROUAL**
- **Mr. A. HARRACH**
- **Mr. I. EL GHOUWATI**

Stage effectué au sein du Groupe OCP

Année Universitaire 2009/ 2010

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES – SAISS
B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES
Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14
Site web : http://www.fst-usmba.ac.ma

Remerciement

Avant tout développement de cette expérience, il apparaît opportun de commencer ce rapport par l'expression de mes sincères remerciements à Monsieur **Abdelmadjid GUERGACHI** directeur Pole chimie d'avoir donner l'occasion d'effectuer mon stage au sein de cet honorable établissement.

Ma profonde reconnaissance s'adresse à **Mr I. El GHOUWATI** pour son encadrement, **Mr H.SABIRI, Mr BLIBIL**, pour leur orientation et leur soutien durant la période de ce stage.

Mes sincères remerciement sont adressés à **Mr A.HARRACH** mon encadrent et enseignent à la faculté des sciences et technique de Fès (FSTF) et notre honorable jury composé de : **Mr H.SOUHA et Mr A. ZEROUAL** pour avoir accepté de juger ce modeste travail.

Je conserve un remerciement spécial à l'équipe de la nouvelle CAP du Complexe JORF LASFAR qui m'a formé et accompagné tout au long de mon stage. Qui n'a épargné aucun effort pour me porter aide et aussi d'avoir accepté l'évaluation de mon modeste travail ; je dois aussi les remercier pour leurs conseils qui ont étaient d'une utilité incontestable.

Je tiens à remercier tous les enseignants du département de chimie pour les efforts qu'ils ont fournit pour notre formation.

Quelque soit le biais par lequel j'exprime mes remerciements, ils restent insuffisants devant le soutien énorme de ceux à qui revient le grand mérite d'accomplissement de ce travail.

DEDICACES

Le fruit de ce travail mérite d'être dédié :

A ceux qui m'ont été le bon exemple et à qui me suis redevables

A celui qui m'a indiqué la bonne voie …. À mon Père....

A celle qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation,… à ma Mère…

A tous mes belles sœurs et beaux frères : NADIA.MOHAMMED.YOUSSEF pour leurs aide et leurs encouragement au long de mes études.

A Mr ZAITAR pour son aide afin d'effectuer ce stage au sien du Groupe OCP d'El – Jadida.

A la famille ZAITAR pour leur chaleureux accueil.

A mes amis : YASSINE, HASSAN, SABAH.

SOMMAIRE

Introduction

I-l'office chérifiens des phosphates....2
I-1- Histrorique....2
I-2-Activité....4

II-Procédé de fabrication d'acide phosphorique....6
II-1- Géneralité....6
II-2- description du procédé....6
II-2-1- Unité de broyage....7
II-2-2-Unité d'attaque-filtration....8
II-2-3-Unité de stockage de 29%)....10
II-2-4-Unité de concentration....11
II-2-5-Unité de stockage de 54%....15

III- Procédé de traitement de l'acide phosphorique....17
III-2-Principe....17
III-3-description de l'unité....17
III3-1-Epuration....17
III-3-2-Désulfatation....18
III-3-3-Clarification....18
III-4-Dosage des sulfate par la méthode turbidimétrique....19

IV-Procédé de filtration des boues....21
IV-1- But....21
IV-2- L'instalation du filtration....21
IV-3-Description du filtre presse....21
IV-4-Les séquences de la filtration....23
IV-5-Calcul du rendement de l'Unité de filtration....28
II-5-1-Teneur en P_2O_5....28
II-5-2-Taux de solide....29
II-5-3- Densité....29

Conclusion....31

INTRODUCTION

Le groupe Office Chérifien des Phosphates, constitué de l'OCP et de ses filiales, est un établissement public à vocation industrielle et commerciale. Il a le monopole de l'exploitation et de la valorisation des phosphates du royaume, depuis la prospection minière jusqu'à la commercialisation du minerai et de ses dérivés transformés localement.

Le Groupe Office Chérifien des Phosphates (OCP) opère dans le domaine de l'industrie des phosphates et des produits dérivés. Il est présent dans cinq zones géographiques du Maroc (3 sites d'exploitation minière : KHOURIBGA, BEN GUERIR/YOUSSOUFIA, et BOUCRAA / LAAYOUNE. et 2 sites de transformation chimique : SAFI et JORF LASFAR.

L'acide phosphorique est le principal dérivé de la chimie du phosphore. Il tire son importance du fait qu'il est utilisé dans plusieurs procédés, notamment : les engrais, les détergents, l'alimentation animale, les insecticides, les huiles lubrifiants, les plastifiants, etc.…

En général, les minerais phosphatés ont une concentration faible en P_2O_5 (Pentoxyde de phosphore). Pour être valorisables et utilisables pour la production d'acide, ces minerais doivent être traités et débarrassés de leurs impuretés.

Il s'agit en fait d'augmenter la concentration en P_2O_5 et de diminuer celles des autres constituants présents dans les minerais.

Ce rapport est réparti en quatre chapitres :

- ✓ Le premier chapitre est consacré à la présentation de l'OCP.
- ✓ Le deuxième chapitre traite la description de l'atelier phosphorique.
- ✓ Le troisième chapitre développer le traitement de l'acide phosphorique
- ✓ Le quatrième chapitre présente la filtration des boues et le calcul du rendement de cette unité.

Chapitre I
Présentation de la société

I- L'OFFICE CHERIFIEN DES PHOSPHATES

I-1- Historique

Les phosphates marocains sont exploités dans le cadre d'un monopole d'État confié à un établissement public créé en août 1920, l'Office Chérifien des Phosphates, devenu Groupe OCP en 1975. Mais c'est le 1er mars 1921 que l'activité d'extraction et de traitement démarre à BOUJNIBA dans la région de KHOURIBGA.

Parallèlement, de nombreux partenariats ont été développés avec des opérateurs industriels du secteur au Maroc et à l'étranger.

Le développement du Groupe OCP a été marqué par quelques grandes dates : Sur le plan géologique, on distingue trois étapes :

1905-1921	période des pionniers.
1921-1951	période des études fondamentales, stratigraphiques et paléontologiques.
1960-1986	période d'intensification des études sédiment logiques et géochimiques ainsi que de l'étude des gisements du Sahara marocain du crétacé.

Du point de vue chronologique, voici les principales dates qui ont marquées l'histoire du group OCP.

ANNEE	ACTIVITES
1905-1921	période des pionniers.
1920	Création, le 7 août, de l'Office Chérifien des Phosphates (OCP).
1921	- Le 1er mars, début de l'exploitation en souterrain du phosphate dans la région d'Oued Zem sur le gisement des Oulad Abdoun. - Le 30 juin, « Descente » du premier train de phosphate de Khouribga vers le port de Casablanca. le 23 juillet, premier départ des phosphates du Maroc (du port de Casablanca)
1921-1951	période des études fondamentales, stratigraphiques et paléontologiques.
1932	Ouverture du centre minier de Youssoufia. Premières expéditions du phosphate de Youssoufia vers le port de Casablanca
1931	Début de l'extraction en souterrain à Youssoufia (ex-Louis Gentil)
1936	Premier train de phosphate de Youssoufia vers le port de Safi
1951	Démarrage de l'extraction en « découverte » à Sidi-Daoui (Khouribga). Début du développement des installations de séchage et

ANNEE	ACTIVITES
	de calcination à Khouribga
1959	En mai, Création de la Société Marocaine d'Etudes Spécialisées et Industrielles (SMESI).
1961	Mise en service de la première laverie à Khouribga.
1965	Création de la société Maroc Chimie. Début de la valorisation avec le démarrage des installations de l'usine de Maroc Chimie, à Safi. Extension de l'extraction à ciel ouvert à la mine de Merah El Aharch (Khouribga).
1969	Entrée en exploitation de la première Recette de phosphate noir à Youssoufia
1974	En mai, lancement des travaux pour la réalisation du centre minier de Benguérir,. L'OCP prend le contrôle de la Société Marocaine des Fertilisants (Fertima), créée en 1972. En aout naissance de l'Institut de Promotion Socio-Éducative (IPSE).
1975	Création du Groupe OCP (décision de création en juillet 1974 et mise en place en janvier 1975). En janvier, intégration des industries chimiques aux structures internes de l'OCP En octobre, Création du Centre d'Études et de Recherches des Phosphates Minéraux (CERPHOS).
1982	En mars, début des travaux de construction du complexe chimique Maroc Phosphore III-IV à Jorf Lasfar. Démarrage du complexe de séchage de OUED ZEM.
1960-1986	période d'intensification des études sédiment logiques et géochimiques, ainsi que de l'étude des gisements du Sahara marocain du crétacé.
1986	Démarrage des différentes lignes d'acide sulfurique et d'acide phosphorique de Maroc Phosphore III- IV
1996	Création de la société Euro-Maroc Phosphore (EMAPHOS). En janvier-février, lancement des travaux de construction de l'usine d'acide phosphorique purifié d'EMAPHOS, à Jorf Lasfar. En janvier, regroupement des activités des deux sociétés Maroc Chimie et Maroc Phosphore au sein de Maroc Phosphore . En octobre, introduction de FERTIMA à la Bourse des valeurs de Casablanca (30% du capital) dans le cadre du projet de privatisation de la société. En décembre, signature de la convention en matière d'environnement avec le département ministériel chargé de l'Environnement. Création de l'Institut OCP.
1997	En mars accord d'association entre le Groupe OCP et le Groupe indien Birla pour la réalisation, en joint venture, d'une unité de production d'acide phosphorique à Jorf Lasfar de 330.000 tonnes de P2O5 par an.
1998	Le 31 janvier, démarrage de la production d'acide phosphorique purifié (EMAPHOSE, Jorf Lasfar),. Le Groupe OCP obtient le Prix national de la Qualité.
1999	Démarrage de la production d'acide phosphorique de l'usine d'IMACID à Jorf Lasfar, le 1er novembre

ANNEE	ACTIVITES
2004	Création de la Société "Pakistan Maroc Phosphore" S.A en Joint venture entre l'OCP et Fauji Fertilizer Bin Qasim Limited (Pakistan)

I-2- Activité

Le Groupe Office Chérifien des Phosphates (OCP) est spécialisé dans l'extraction, la valorisation et la commercialisation de phosphate et de produits dérivés. Chaque année, plus de 23 millions de tonnes de minerais sont extraites du sous-sol marocain qui recèle les trois-quarts des réserves mondiales.

Principalement utilisé dans la fabrication des engrais, le phosphate provient des sites de KHOURIBGA, BENGUERIR, YOUSSOUFIA et BOUCRAA-LAAYOUNE. Selon les cas, le minerai subit une ou plusieurs opérations de traitement (criblage, séchage, calcination, flottation, enrichissement à sec…). Une fois traité, il est exporté tel quel ou bien livré aux industries chimiques du Groupe, à Jorf Lasfar ou à Safi, pour être transformé en produits dérivés commercialisables : acide phosphorique de base, acide phosphorique purifié, engrais solides.

Premier exportateur mondial de phosphate sous toutes ses formes, le Groupe OCP écoule 95% de sa production en dehors des frontières nationales. Opérateur international, il rayonne sur les cinq continents de la planète et réalise un chiffre d'affaires annuel de 1,3 milliard de dollars.

Moteur de l'économie nationale, le Groupe OCP joue pleinement son rôle d'entreprise citoyenne. Cette volonté se traduit par la promotion de nombreuses initiatives, notamment en faveur du développement régional et de la création d'entreprise.

Dans un contexte de concurrence accrue, le Groupe OCP poursuit la politique de consolidation de ses positions traditionnelles et développe de nouveaux débouchés.

Le Groupe OCP améliore sans cesse la qualité de ses produits tout en maintenant un niveau élevé en matière de sécurité et de protection de l'environnement.

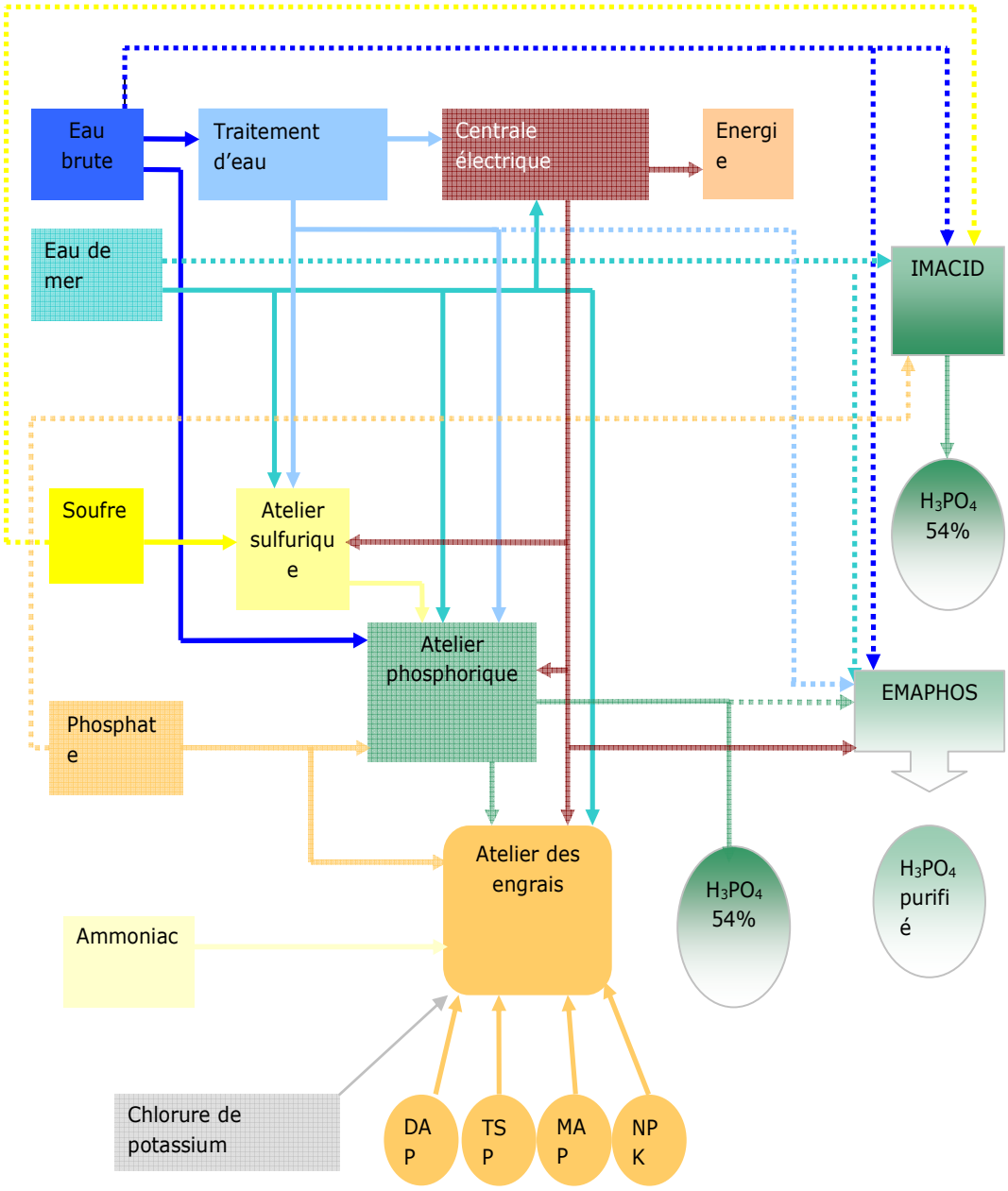


Figure 1: Diagramme bloc de l'ensemble industriel de Jorf Lasfa

Chapitre II
Production de l'acide phosphorique

II- PROCEDES DE FABRICATION D'ACIDE PHOSPHORIQUE

II-1- Généralités

Il existe deux grandes catégories de procédés pour la fabrication d'acide phosphorique, à savoir :

Les procédés par voie thermique, dans lesquels l'acide phosphorique est produit à partir du phosphate. Ces procédés ont l'avantage de produire un acide de très bonne qualité mais avec un coût élevé.

Les procédés par voie humide, dans lesquels l'acide phosphorique est obtenu par attaque directe du phosphate minerais par un acide fort (acide sulfurique).

Ces procédés sont largement utilisés dans le monde du fait qu'ils donnent un acide de faible prix de revient. Cependant il est de moindre qualité que celui obtenu par le procédé par voie thermique. Les procédés les plus connus sont ceux de Rhône Poulenc, Revamping.

L'atelier phosphorique de Jorf Lasfar est divisé en trois zones Nord, Sud et extension. Chaque zone est composée de quatre lignes de production :

- Le nord comprend les lignes A, B, C & D.
- Le sud se compose des lignes X, Y, Z & U.
- L'extension se compose des lignes H, E, F et G.

Chacune des lignes comprend les unités suivantes :

- ✓ Unité 02 : unité de broyage du phosphate.
- ✓ Unité 03 : unité d'Attaque – Filtration.
- ✓ Unité 13 : unité de stockage d'acide à 29% en P_2O_5.
- ✓ Unité 04 : unité de concentration.
- ✓ Unité 14 : unité de stockage d'acide à 54% en P_2O_5.
- ✓ Unité de traitement.

II-2- Description de l'atelier phosphorique

Le but général de l'atelier phosphorique est la production de l'acide phosphorique concentré à 54% en P_2O_5.

Le procédé utilisé à Jorf Lasfar est caractérisé par une installation simple repartie en quatre unités : le broyage, l'attaque-filtration, le stockage et la concentration.

Au Maroc Phosphore III et IV ses étapes sont réparties sous forme d'unités :

Unité de Broyage	son rôle est de broyer les phosphates provenant des stocks afin d'augmenter la surface spécifique et d'assurer ainsi une bonne attaque.
Unité d'Attaque-Filtration	l'unité où s'effectue l'attaque des phosphates par l'acide sulfurique pour donner la bouillie et la filtration de cette dernière pour donner l'acide phosphorique à 29% en P_2O_5.
Unité de stockage	l'acide produit à 29% est stocké dans les bacs après avoir subi une désursaturation, par la formation des sels, et une décantation afin de diminuer le TS < 1,5%
Unité de concentration	lieu où s'effectue la concentration de l'acide Phosphorique 29% par évaporation d'eau sous vide pour obtenir un acide phosphorique de 54% en P_20_5

II-2-1- UNITE DE BROYAGE (U02)

II-2-1-1- But

Le broyage est une opération de fragmentation du phosphate brute dans le but de réduire la granulométrie du phosphate < 400 µm pour augmenter la surface d'attaque du minerai par l'acide sulfurique pour atteindre un bon rendement d'attaque chimique.

II-2-1-2- principe

L'opération consiste à un broyage des phosphates en utilisant un broyeur à boulets jusqu'à une granulométrie inférieur à 400 µm.

Les fines formées par le broyage sont aspirées vers un filtre à manche où une grande quantité de ces fines est acheminés vers l'unité attaque-filtration alors qu'une fraction est évacuée à l'atmosphère via des cheminées.

II-2-1- 3- procédé de broyage

Le procédé de broyage utilisé à Jorf lasfar est celui de Revamping, ce procédé consiste à un broyage en circuit continue ouvert, le produit passe une seule fois dans le broyeur ce qui exige une quantité excessive d'énergie.

Le phosphate brut broyé subit un criblage : le passant est livré vers la cuve d'attaque alors que le refus est envoyé à nouveau au broyage pour être ensuite acheminé directement vers la section d'attaque, cadence (140-150 t/h).

II-2-2- UNITE D'ATTAQUE- FILTRATION

Cette unité a pour rôle la production d'acide phosphorique à 29% en P_2O_5. L'atelier est divisé en deux sections :

II-2- 2-1- SECTION ATTAQUE

L'acide sulfurique est le réactif essentiel utilisé pour la fabrication de l'acide phosphorique. Sa large utilisation est due essentiellement à:

⇒ sa facilité de production à partir du soufre.

⇒ la récupération d'énergie dégagée lors de sa production.

⇒ La formation du sulfate de calcium insoluble dans le phosphate lors de l'attaque des phosphates.

II-2-2-2- Les réactions d'attaque

❖ ***Les principales réactions :***

$$Ca_3(PO_4)_2 + 4H_3PO_4 \rightleftharpoons 3Ca(H_2PO_4)_2$$

$$Ca(H_2PO_4)_2 + H_2SO_4 + 2H_2O \rightleftharpoons (CaSO_4, 2H_2O) + 2H_3PO_4$$

❖ ***La somme de ces deux réactions :***

$$Ca_3(PO_4)_2 + 3H_2SO_4 + 6H_2O \longrightarrow 3(CaSO_4, 2H2O) + 2H_3PO_4$$

❖ ***Les réactions secondaires :***

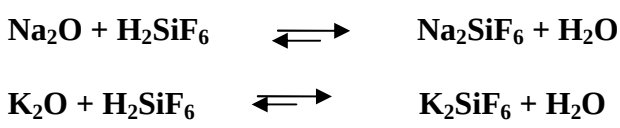
Le fluorure de calcium réagit avec H_2SO_4 suivant la réaction suivante :

$$CaF_2 + H_2SO_4 + 2H_2O \rightleftharpoons (CaSO_4, 2H_2O) + 2HF$$

La silice SiO_2 réagit avec l'acide fluorhydrique HF

$$6HF + SiO_2 \rightleftharpoons H_2SiF_6 + 2H_2O$$

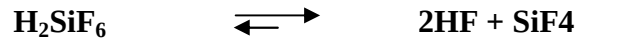
Na_2O et K_2O réagit avec H_2SiF_6 selon la réaction :



$$Na_2O + H_2SiF_6 \rightleftharpoons Na_2SiF_6 + H_2O$$

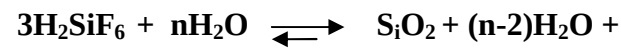
$$K_2O + H_2SiF_6 \rightleftharpoons K_2SiF_6 + H_2O$$

Ces précipités se déposent dans les appareils. En cas de défauts de K_2O ou de Na_2O dans le phosphate, l'excès de H_2SiF_6 formé se décompose selon la réaction :



$$H_2SiF_6 \rightleftharpoons 2HF + SiF4$$

Le SiF_4 est un gaz qui se dégage facilement et qui peut être récupéré par l'absorption de l'eau selon la réaction :



$$3H_2SiF_6 + nH_2O \rightleftharpoons S_iO_2 + (n-2)H_2O + H_2SiF_6$$

II-2-2-2- SECTION FILTRATION

La filtration est une opération de séparation entre deux phases liquide et solide qui permet d'éliminer le solide contenu dans la bouillie grâce à un filtre UCEGO soumis à vide.

Le filtre est divisé en 5 parties distingues : présecteur, secteur fort, secteur moyen, secteur faible et secteur de lavage toiles.

La séparation de l'acide phosphorique et du sulfate de calcium est effectuée dans un filtre à table tournante continue de type UCEGO.

Les secteurs d'attaque sont définis comme suit:

Présecteur	Il donne la naissance d'une formation de précouche de gâteau et un jus trouble qui est recyclé vers la cuve d'attaque.
Secteur fort	Il est situé entre la nacelle à bouillie et la nacelle à acide faible, son filtrat est fortement acide produit à 29% en P_2O_5.
Secteur moyen	Afin d'épuiser le gâteau de P_2O_5 résiduaire, il est nécessaire d'effectuer un premier lavage par l'acide faible à 12% en P_2O_5 à travers la nacelle à acide.
Secteur faible	Le gâteau contient encore de P_2O_5 en trace, d'où la nécessité d'un deuxième lavage qui est réalisé par l'eau gypseuse provenant du lavage des toiles.

II-2-3- Unité de stockage (U13) d'acide phosphorique 29% en P_2O_5

II-2-3-1- But

La production de l'acide phosphorique 29% en P_2O_5 dans l'unité attaque filtration n'est parfaitement pas liquide (Taux de solide : TS<1%). La température de l'acide produit est de l'ordre de 76°C donc il est nécessaire d'installer une unité de stockage après l'attaque chimique qui a comme rôle de :

- ✓ Refroidir l'acide produit afin de favoriser la précipitation des sels à basse température.
- ✓ Diminuer le taux de solide.

II-2-3-2- Principe

Le principe de l'atelier stockage d'acide phosphorique dilué consiste à l'élimination maximum des impuretés contenues dans l'acide produit.

Cette opération est basée sur la désursaturation des sels et de la décantation des solides sources d'encrassements.

II-2-3-3- procédé de stockage

L'acide chaud filtré qui est chargé principalement d'impuretés (gypse et fluosilicate) à l'état sursaturé s'écoule dans un grand bac dit desursaturateur qui a pour rôle de diminuer la température de 80°C à 50°C par contact de l'air ce qui favorise la formation des cristaux de différentes nature. Le bac est équipé d'un agitateur pour l'homogénéisation de l'acide afin d'éviter la formation de dépôts.

Par un trop plein (gouttière), l'acide débord dans le décanteur principalement dans un puit afin de retenir les boues au fond et laisser seulement remonter l'acide. Les boues formées sont récupérées à la partie inférieure de ce bac et sont recyclées par une pompe volumétrique vers la cuve d'attaque. Par contre l'acide décanté est stocké dans un autre bac dit intermédiaire avant son pompage vers la concentration.

Chaque ligne de production dispose de trois bacs de stockage interconnectés où l'acide passe successivement dans :

Désursaturateur	De capacité 2006 m^3 et une forme cylindrique à ciel ouvert revêtu à l'intérieur par caoutchouc antiacide équipé des chicanes et d'un agitateur pour le refroidissement et l'homogénéisation d'acide.
Décanteur	De capacité 1475 m^3 et une forme conique à ciel ouvert revêtu à l'intérieur par caoutchouc antiacide équipé d'un racleur. Le décanteur assure la séparation liquide solide. Les boues sont recyclées par une pompe vers la cuve d'attaque.
Un bac intermédiaire	D'une capacité de 1554 m^3 qui sert au stockage d'acide à 29% en P_2O_5 décanté et refroidie, chaque bac alimente deux échelons de l'unité 04 et l'atelier engrais

II-2-4- UNITE DE CONCENTRATION

II-2-4-1- BUT

La fabrication d'acide phosphorique, selon la plupart des procédés par voie humide, permet de produire un acide phosphorique à une teneur en P_2O_5 de 27% à 30%. Cette faible teneur en P_2O_5 rend la commercialisation d'acide phosphorique difficile suite aux :

- Transport inutile d'eau (produit dilué).
- Inadaptation à la réalisation de certaines formules d'engrais nécessitant acide de départ plus concentré.

D'où, la nécessité de concentrer l'acide phosphorique généralement à une concentration de 54% en P_2O_5, et c'est le rôle de l'atelier de concentration.

Les deux objectifs recherchés de l'atelier de concentration sont :

- Concentration d'une certaine quantité d'acide phosphorique.
- Obtention d'un titre donné en P_2O_5 de cet acide.

II-2-4-2- Principe du procédé

Le principe consiste à une évaporation sous vide de l'eau et d'autres corps volatils contenus dans l'acide phosphorique 29% en P_2O_5. Cette opération s'effectue en continu dans une boucle de circulation comprenant un échangeur pour le réchauffage de l'acide, un bouilleur, une pipe et une pompe de circulation.

Les gaz dégagés sont constitués principalement de vapeur d'eau, de fluor et des incondensables. Ces gaz sont collectés dans un condenseur à ruissellement où la

vapeur d'eau est condensée en contact du film d'eau froide. Une pompe à vide est intégrée pour entraîner les incondensables.

II-2-4-3- Matières Premières Et Utilités

Acide phosphorique 29% :

- 26% à 29% en P_2O_5.
- température : 45°C.
- taux de solide < 1.5%.
- sulfate libre SO_4^{2-} : 22 à 28g/l.
- consommation : 45m^3/h Acide phosphorique 29%.

Eau de mer :

- pression : 2 à 2.5 bars.
- température : 22°C.
- consommation : de l'ordre de 750m^3/h par échelon, permettant de condenser 22.4t/h de vapeur formé.

Vapeur secondaire : échangeur 04JE01

- pression : 5 bars abs.
- température : 150°C.
- consommation : de l'ordre 30t/h par échelon.

II-2-4-4- Description du procédé de concentration

II-2-4-4- 1- Circuit vapeur

L'objectif du transformateur de vapeur est la production d'une vapeur basse pression à partir de l'échange thermique entre la vapeur moyen pression (MP) provenant de la centrale (8,5bar ; 200°C), dite vapeur primaire, et le condensat secondaire provenant de la bâche alimentaire.

Le condensât récupéré du transformateur de vapeur est acheminé vers la centrale

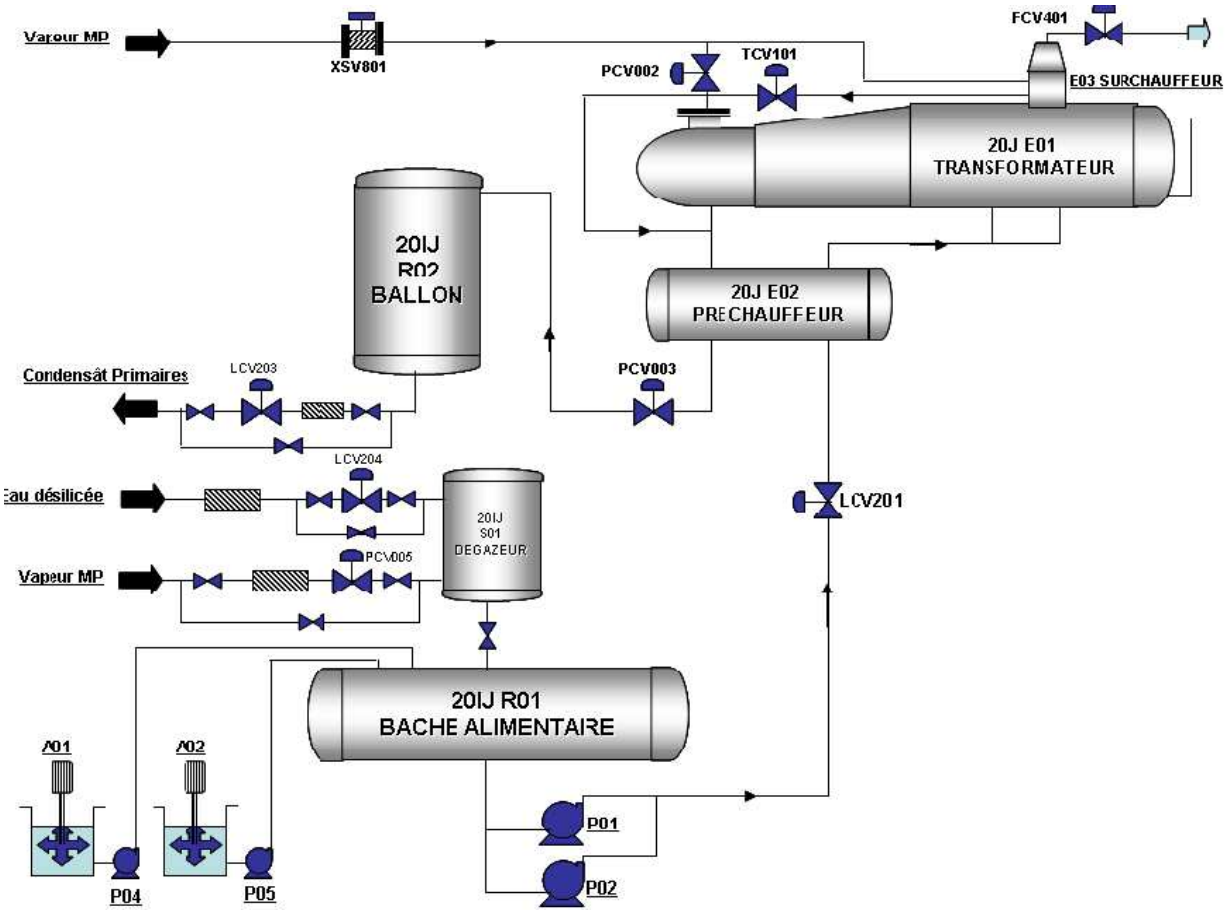


Figure 2 : Transformateur de Vapeur

II-2-4-4-2- circuit acide

✓ ***Section évaporation***

Cette section comporte un bouilleur évaporateur sous vide dans lequel est assurée une circulation importante d'acide par une pompe de grand débit et un échangeur de chaleur pour réchauffer l'acide. Cet échange de chaleur permet l'évaporation de l'eau contenue dans l'acide à 77°C au niveau du bouilleur sous une dépression de 60 Torrs absolue. Cette boucle de circulation comporte également une pipe pour protéger l'échangeur des morceaux de fluosilicates qui seraient se détacher des parois du bouilleur ou des tuyauteries. Le niveau d'acide dans le bouilleur est maintenu constant par un trop plein de prolongement vers le bas ; Ce trop plein qui constitue la colonne barométrique de production, directement raccordé à l'aspiration d'une pompe.

La teneur de l'acide en P_2O_5 souhaité est obtenue par le contrôle de la température de l'acide en circulation.

En effet, la concentration de l'acide obtenu est liée à la dépression, aux taux d'impureté d'acide traité et son temps d'ébullition. Le contrôle de cette température s'effectue en sortie du bouilleur par la régulation de débit de vapeur basse pression.

L'alimentation en vapeur de l'échangeur s'effectue par régulation du débit de vapeur à l'entrée de l'échangeur. Les condensats de vapeur basse pression sont recueillies dans un ballon à l'aide d'une pompe à condensât.

En cas de pollution des condensât par l'acide; un contrôle par conductimètre permet l'arrêt et déclenche une alarme en déversant les condensât vers les égouts.

✓ ***Section condensation et création du vide***

A l'entrée du condenseur, la buée est introduite puis condensée dans un condenseur à contact alimenté par l'eau de mer. Les gaz incondensables en particulier l'air, sont entraînés grâce à une pompe à vide.

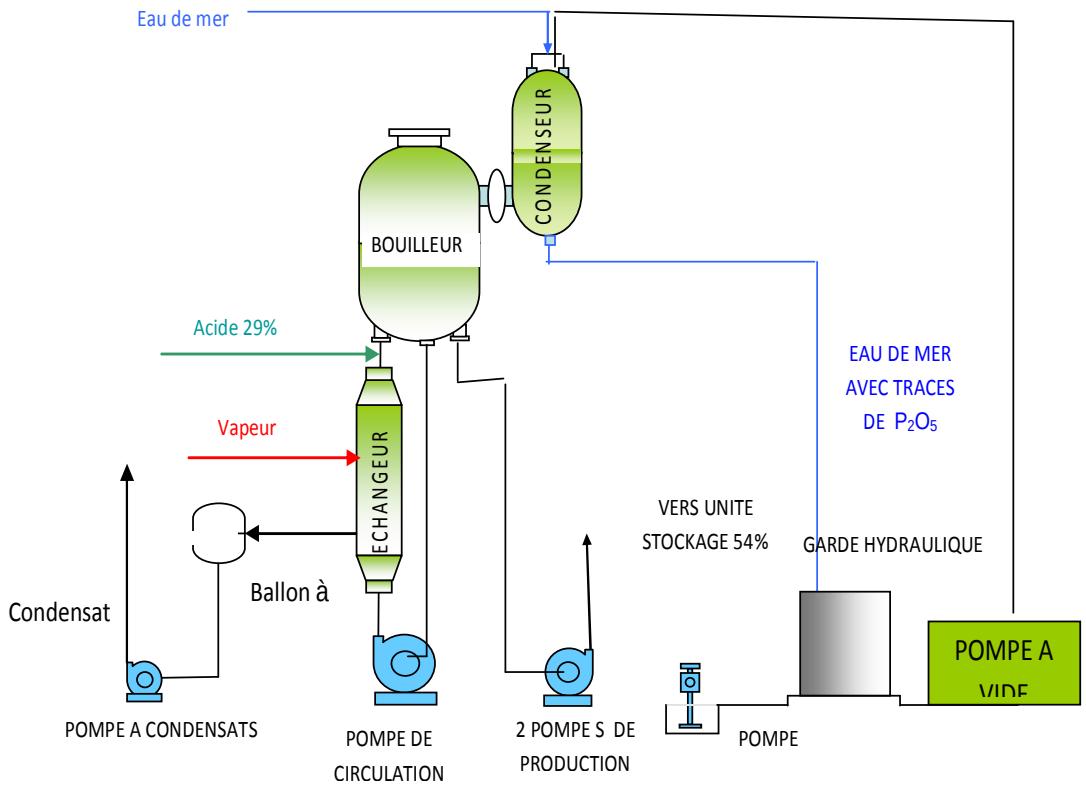


Figure 3 : Circuit Acide

II-2-5- UNITE DE STOCKAGE 54%

II-2-5-1- Généralités

L'acide phosphorique 54% en P_2O_5 produit dans les 4 échelons de concentration est envoyé à l'unité de stockage (unité 14), pour subir une décantation en vue d'obtenir un acide marchand ayant un taux de solide de moins de 0.5%.

Le Stockage d'acide phosphorique 54% en P_2O_5 consiste en une désursaturation de celui-ci suivi d'une décantation.

L'unité14 est composée de 2 lignes, la ligne 14E et la ligne 14G, chaque ligne comprend :

- Un désursaturateur, équipé d'agitateur.
- Un décanteur, équipe d'un racleur.
- Une colonne de liquide.
- Un bac à boues, équipé d'agitateur.

II-2-5-2- Principe de fonctionnement

L'acide produit par les unités de concentration est chargé de matières solubles et solides. Le désursaturateur permet grâce au temps de séjour et au refroidissement de diminuer la température d'acide de 75 à 50°C par contact de l'air ce qui favorise la formation des cristaux de différentes natures. L'acide ainsi désursaturé est acheminé vers le décanteur où il subit une séparation solide liquide permettant d'obtenir un acide marchand au dessus acide chargé de boues au dessous.

II-2-5-3- Description du procédé

L'acide phosphorique produit à l'atelier de concentration alimente les 2 désursaturateur 14JR01 à travers un répartiteur commun pour les deux lignes. il permet l'orientation des désursaturateur vers le compartiment de production ou le compartiment de lavage mises à l'égout.

La désursaturation de l'acide se fait par la baisse de la solubilité des sels dissous par un simple refroidissement de l'acide à l'aire libre du liquide.

De ce fait, le désursaturateur est constamment agité permettant ainsi le refroidissement de l'acide et le maintient en suspension des particules précipitées. L'acide désursaturé déborde dans le décanteur à travers une gouttière.

Le décanteur, du type circulaire à fond conique, est équipé d'un racleur assurant le raclage des boues décantées vers le cône central du décanteur.

L'extraction des boues du décanteur est assurée par une pompe centrifuge à vitesse variable 14JP04. Les boues extraites sont, selon leur consistance, recyclées au décanteur ou expédiées au bac de stockage des boues 05IR02, qui seront ensuite expédiées vers l'unité de traitement des boues ou vers la cuve d'attaque (03X, 03U).

L'acide décanté est récupéré au niveau du déversoir du décanteur et alimente par débordement la colonne liquide 14JR03 par l'intermédiaire de la rigole14JR07. De la colonne liquide, 14JR03, l'acide clarifie est expédie par les pompes 14JP01 vers les bacs de stockage d'acide clarifié, existants, 14IR11et 14IR.

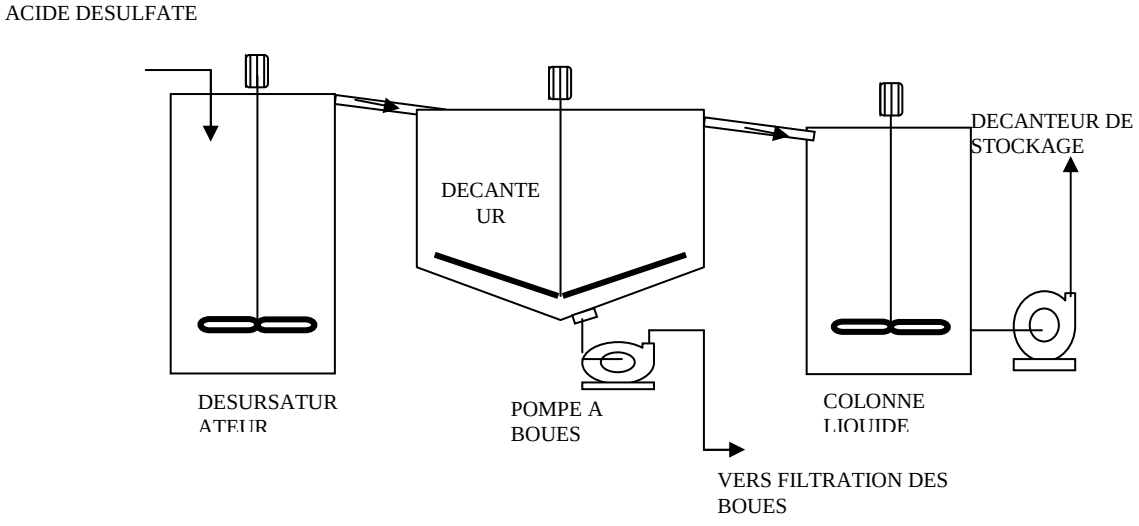


Schéma de stockage d'acide 54%

Chapitre III
Traitement de l'acide phosphorique

III- TRAITEMENT DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE

III-1- But

Le but principal du traitement d'acide phosphorique est la production d'acide traité qui répond aux objectifs du contrat signé avec les clients selon le profil d'acide suivant:

- ✓ Une teneur d'acide 54% en P2O5.
- ✓ Une teneur en sulfate libre à une valeur inférieur à 1%.
- ✓ Un taux de cadmium inférieur à ppm.
- ✓ Un taux de solide inférieur à 0,5%.
- ✓ Une densité 1,68.

III-2- Principe

L'unité de traitement d'acide phosphorique 54% consiste à la réduction de la teneur de Cadmium à une valeur inférieur à 10 ppm par l'ajout de bouillie d'acide 29 % et d'acide sulfurique et la diminution de taux des sulfates libre de 6% à un taux inférieur à 1% par l'ajout du phosphate brut broyé.

III-3- Description d'unité traitement de l'acide phosphorique

Le traitement d'acide 54% non clarifié comporte différentes étapes cités comme suit:

III-3-1- Epuration

III-3-1-1- But

Le but principal de l'épuration est de réduire le taux du cadmium de 25 ppm à une valeur inférieur à 10ppm.

III-3-1-2- Principe

L'acide à traiter provient directement de la sortie des échelons de concentration avec un débit de 20,5 m^3/h auquel on ajoute de la bouillie de l'acide 29% qui sera répartie à part égale sur les deux bacs épurateurs. Le débit de la bouillie est de 3,2 m^3/h pour chaque épurateur. Pour ajuster le taux des sulfates à 6% à l'entrée du premier réacteur à cuve, il faut injecter de l'acide sulfurique 98% avec un débit de 1,2 m^3/h.

Les gaz dégagés au cours de ce processus sont évacués et lavés à l'eau de mer au niveau de l'unité de lavage des gaz.

L'acide épuré obtenu, ayant un taux de 6% en sulfates et de 8% en solide, est transféré vers le bac de désulfatation.

III-3-2- Désulfatation

III-3-2-1- But

L'objectif de cette étape est de réduire le taux des sulfates de 6% à 1%. Pour cela l'acide épuré est mélangé au phosphate brut broyé dans le mélangeur avant d'être introduit à la cuve de désulfatation où il sera fortement agité pour l'homogénéisation et le maintien en suspension du solide. Le débit de phosphate brut nécessaire pour assurer cette fonction est de 3580 kg/h.

III-3-2-2- Principe

La cuve de désulfatation est chauffée par six échangeurs tubulaires installés dans la cuve et jouant aussi le rôle de chicanes anti-rotation pour maintenir une température de 90°C dans la cuve. L'acide à la sortie de cette cuve est envoyé vers l'unité de clarification.

Réaction mis en jeu:

$$Ca^{2+} + SO_4^{2-} + \tfrac{1}{2} H_2O \longrightarrow CaSO_4.1/2\ H_2O$$

III-3-3- Clarification

III-3-3-1- But

Le but principal de la clarification est de diminuer le taux de solide à une valeur inférieur à 0,5%.

III-3-3-2- Principe

L'acide épuré et désulfaté subit une désursaturation puis une décantation dans la ligne de stockage de l'acide 54%. Au cours de la décantation, on ajout un agent floculant approprié pour arriver à un acide dont le taux de solide ne dépasse pas 0,5%. L'acide traité est orienté vers l'un des deux bacs décanteurs de stockage.

Les boues à la sortie du décanteur sont à 20% de taux de solide envoyé à l'unité de filtration.

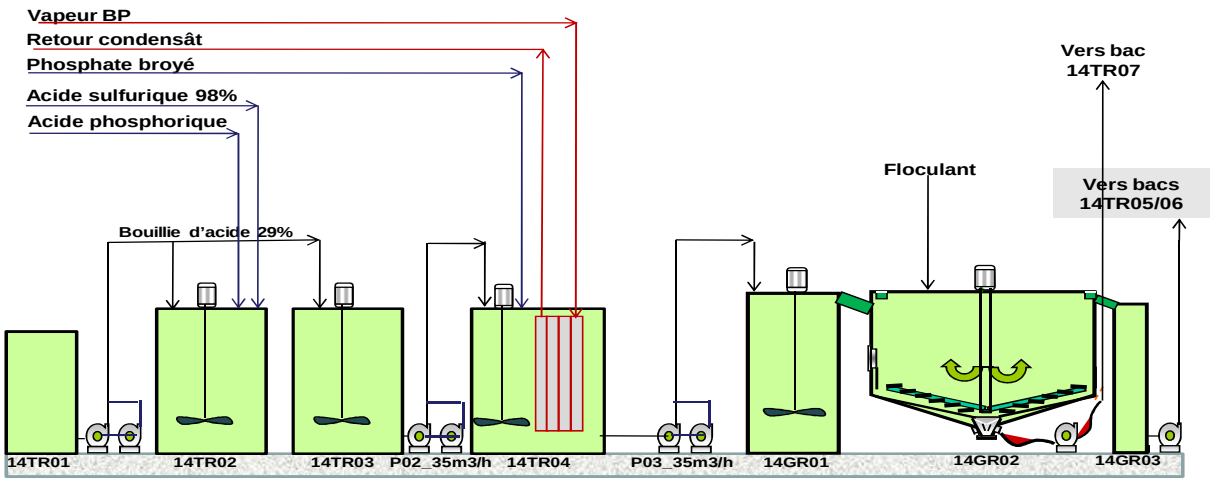


Figure 4 : Schéma des principales étapes de traitement d'acide 54%

III-4- Dosage des sulfates (SO_4^{2-}) par la méthode turbidimétrique

III-4-1-Principe

Précipitation des ions sulfates par l'ajout de $BaCl_2$ et la détermination de turbidimétrie de BaSO4.

III-4-2- Appareillage

- Photomètre à fibre optique (METRHOM).
- Matériel courant de laboratoire.

III-4-3- Mode opératoire

- Introduire directement la quantité pesée (PE) dans un bêcher de 250 ml, ajouter 200 ml de $HClO_4$ dilué (35 ml de $HClO_4$ commerciale compléter avec l'eau distillée jusqu'à 1 lettre).
- Ajouter 2g de BaCl2 et on agite pendant 10 min.
- Arrêter l'agitation et mesurer l'absorbance après 10 seconde à une longueur d'onde 460 nm.

III-4-4-Expression des résultats

A partir d'une solution mère de H_2SO_4 de concentration connue, on prépare 4 solutions filles de concentrations différentes ou on ajoute dans chacune 2g de $BaCl_2$. Pour préparer les solutions filles, on a pris 4 volumes différents de la solution mère respectivement 0, 5,10 et 15 ml et on complète jusqu'à 50 ml.

On mesure, à l'aide de photomètre optique, l'absorbance de chaque solution et on trace la courbe (droite) d'étalonnage C= f (abs).

Le pourcentage massique des ions sulfates est exprimé par la relation suivante :

$$\%SO_4^{2-} = \frac{pente * Abs}{PE}$$

- Pente : La pente déduit de la droite d'étalonnage (loi de Bert- Lambert).
- Abs : c'est l'absorbance de la solution mesuré à une longueur d'onde 460 nm.
- PE : c'est la prise d'essais de l'échantillon.

Cette méthode turbidimétrique est applicable chaque fois à la fin des étapes d'épuration et de désulfatation pour calculer le taux de sulfate.

Chapitre IV
Filtration des boues

IV-PROCEDE DE FILTRATION DES BOUES

IV-1-But

L'objectif principal de la filtration des boues est la récupération de P_2O_5 prégnant dans les boues provenant de l'unité de stockage en diminuant ainsi les pertes en P_2O_5 dans l'atelier phosphorique.

IV-2-l'installation de la filtration

L'installation de la filtration est constituée :

- D'un bac à boues 14TR07.
- Deux bacs pour lavage gâteaux étage 1et 2 (14FR03/R04).
- Deux filtres presses (14FS01/S02).
- Deux bacs pour reprise des filtrats : un pour acide forte (14FR01) et l'autre pour l'acide faible (14FR02) après lavage.
- Quatre compresseurs pour l'air Comprimé 14(C01, C02, C03et C04).

IV-3-Description du Filtre presse

Le filtre presse est constitué de 131 plateaux qui s'alternent en plateau membrane (contenant des toiles filtrantes des deux côtés et une membrane gonflante qui sert à essorer les boues) et plateau chambré (contenant juste des toiles filtrantes des deux côtés). Il existe aussi deux faux plateaux (contenant une toile filtrante d'une seule face), une cuve de 500 m^3 pour le stockage des boues, 4 cuves de 50 m^3 pour la reprise de l'acide fort, l'acide moyen et l'eau de procédé et de lavage.

Un transporteur par filtre pour recueillir et évacuer le gypse vers un hélice (vis à deux rotors) émiettent le gâteau qui passe après par une trémie de délitage à injection d'eau de mer pour une évacuation vers le caniveau de reprise en plus de pompes qui servent à soutirer les boues ou à récupérer les filtrats et les eaux de lavages.

La station d'air comprimé a 3 fonctions :

- Alimente le système d'asservissement pour le pilotage des vannes automatiques
- Alimente le système de séchage du gâteau et la purge des conduits d'alimentation
- Alimente la station d'air de compactage des membranes du filtre presse.

Cette station comprend :

*1 ballon d'air asservissement de 200 litres à 7 bars

*2 ballons d'air process de séchage 20 m^3 à 10 bars

*2 ballons d'air compactage de 30 m^3 à 15 bars

En plus on a une station de lavage Haute Pression (HP) qui comprend un bac à eau propre alimenté en permanence.

La capacité du filtre est de 30 m^3/h pour une durée de cycle de filtration et lavage du gâteau (45 min).

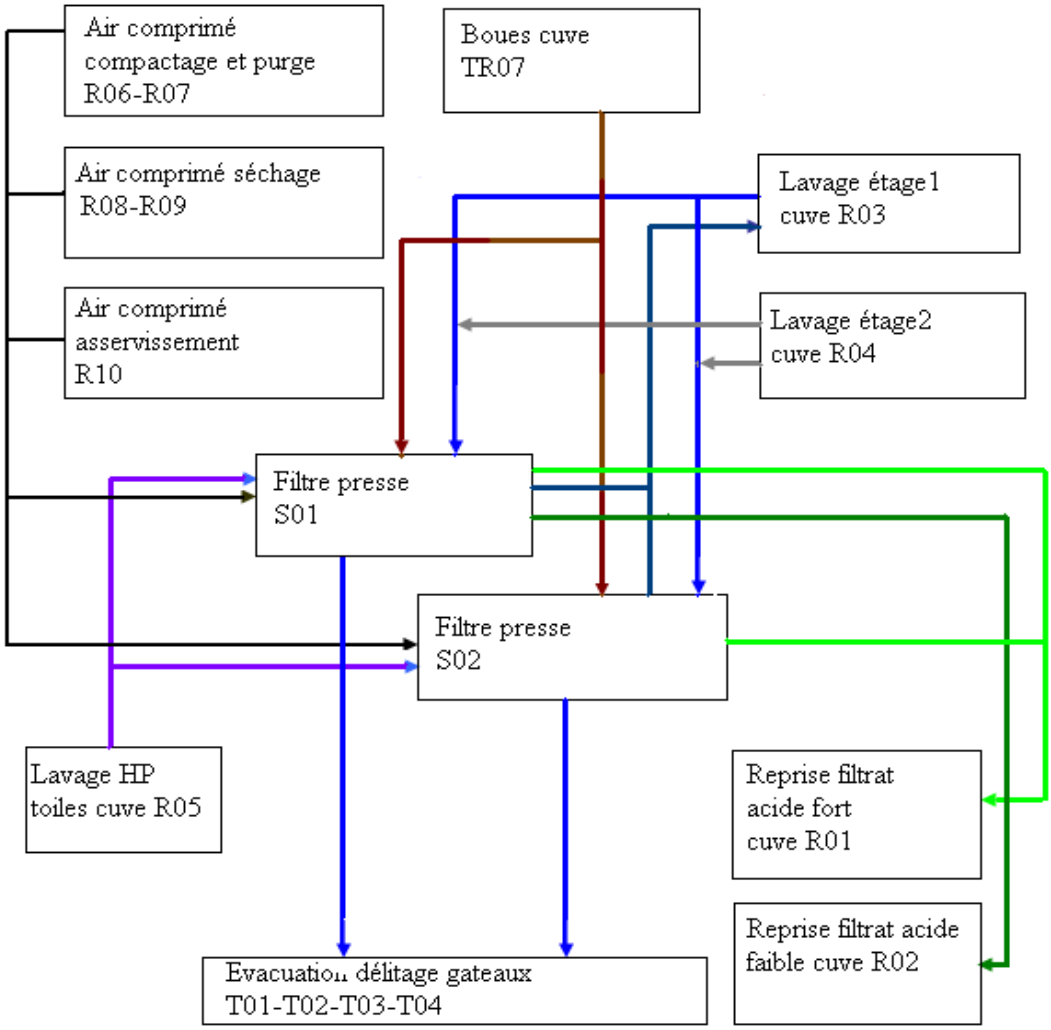


Figure 5 : schéma de l'installation de filtration et circuit d'acide

Légende :

- Air comprimé.
- Tuyau d'eau de lavage toile.
- Conduite des boues.
- Conduite d'acide faible de lavage.
- Conduite d'eau propre.
- Conduite de reste de lavage.
- Conduite d'acide faible 29%.

IV-4- les séquences de la filtration des boues

Le grafcet de la filtration des boues est constitué de plusieurs étapes de filtration.

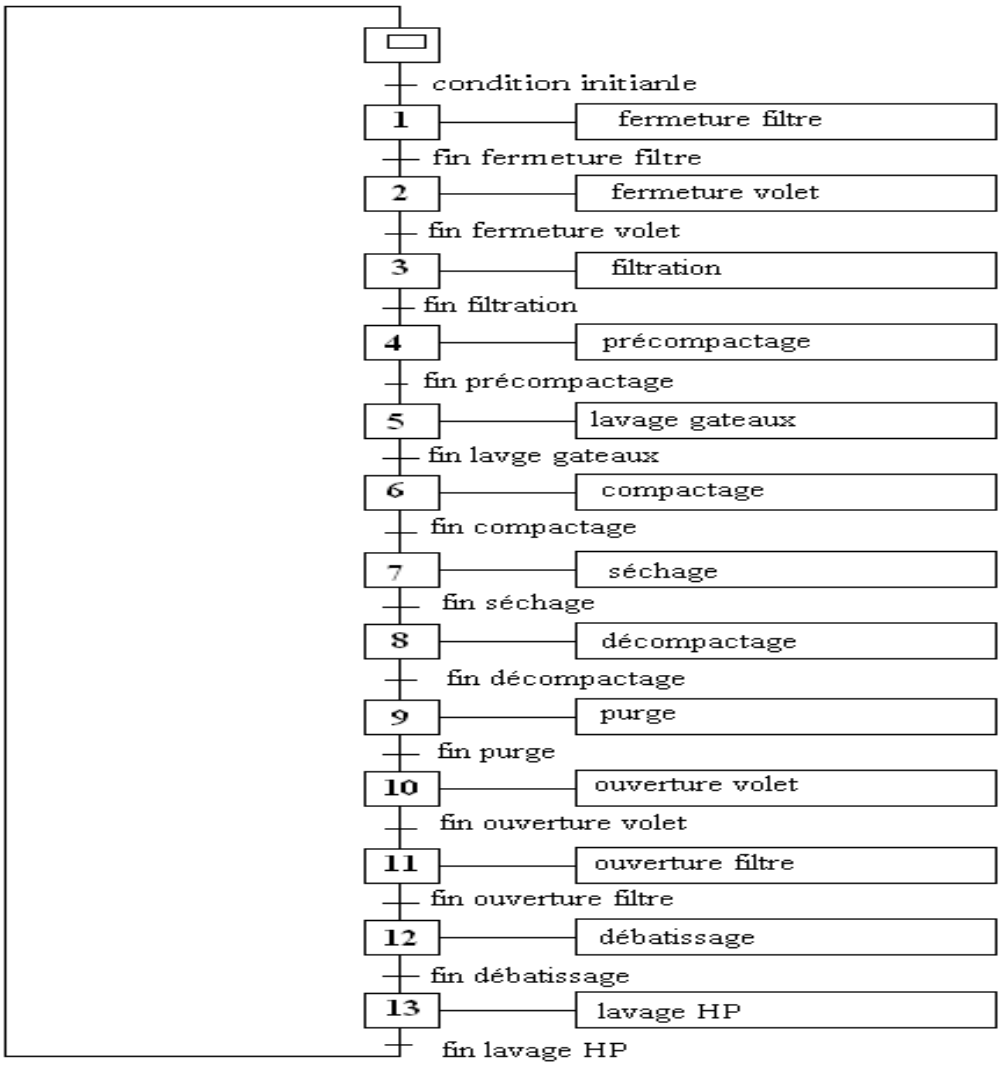


Figure 6 : Les différentes séquences de la filtration

La filtration est constituée de deux séquences, une pour le remplissage et l'autre pour la filtration. Le remplissage permet de remplir le filtre par les boues qui

se propagent entre les plateaux membranes et chambrés afin de filtrer l'acide fort 54%.

IV-4-1- Circuit de remplissage

Le remplissage du filtre est réalisé dans un circuit fermé par l'aspiration des boues du bac TR07 par les pompe P01 ou P02 ou P03 afin de faire circuler les boues par la vanne d'entrée XV768 et les refoulés vers le bac R07 (Fig7).

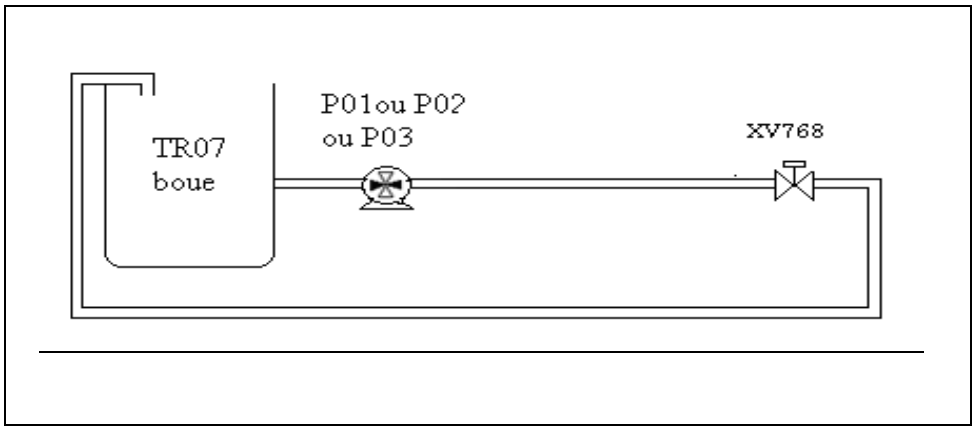


Figure 7 : circuit de remplissage

IV-4-2- Circuit de filtration

Les boues sont aspirées du bac TR07 par la pompe S01. Ensuite elles passent dans le filtre à travers la vanne d'entrée XV754. L'acide filtré (filtrat) est évacué par la vanne de sortie XV756 pour le déverser dans le bac R01 (Fig8).

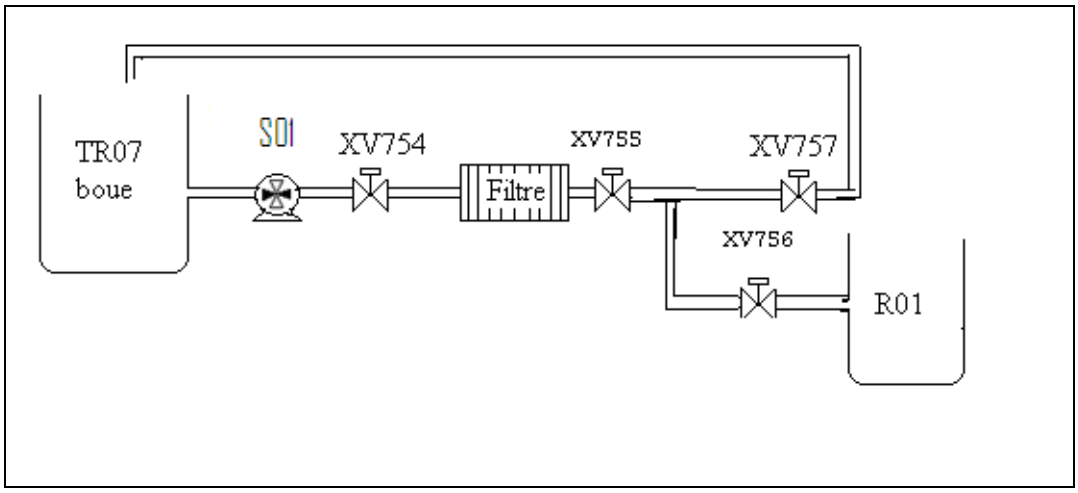


Figure 8 : Circuit de Filtration

IV-4-3- précompactage

Le précompactage est une opération qui permet de compacter les gâteaux, qui se trouvent entre les plateaux membranes et chambrés, par l'air prévenant du ballon de purge R06/ R07.

IV-4-3-1- Circuit de précompactage

Le précompactage est réalisé par l'air comprimé à 3 bars provenant de la vanne d'entrée XV762 afin de faire sortir l'acide 54% par la vanne de sortie XV756. L'acide obtenu est déversé dans le bac 14FR01 pour être stocker ensuite dans un autre bac (Fig9).

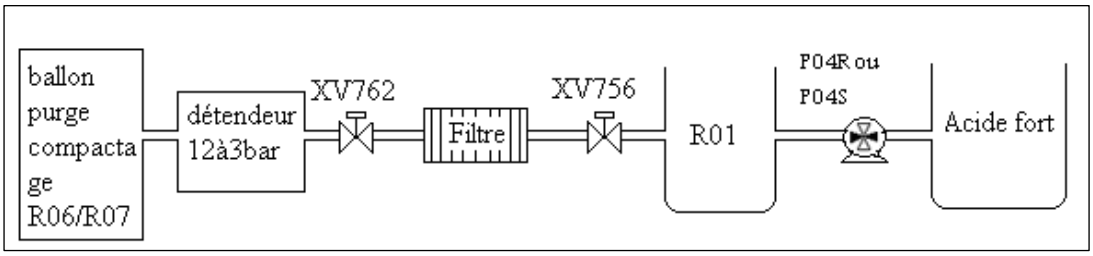


Figure 9 : Circuit de précompactage

IV-4-4- premier lavage des gâteaux

Le premier lavage permet de laver les gâteaux situés entre les plateaux membranes et chambrés afin de récupérer les P_2O_5 (acide 29%) qui sera acheminé ensuite vers le bac R02.

IV-4-4-1 Circuit premier lavage gâteaux

Le premier lavage des gâteaux est réalisé par l'eau acidifiée. Ce dernier est aspiré par la pompe P06 à travers la vanne d'entrée XV765 afin de faire sortir l'acide faible par la vanne de sortie XV764. L'acide 29% est déversé dans le bac R02 à l'aide de la pompe P04R (Fig10).

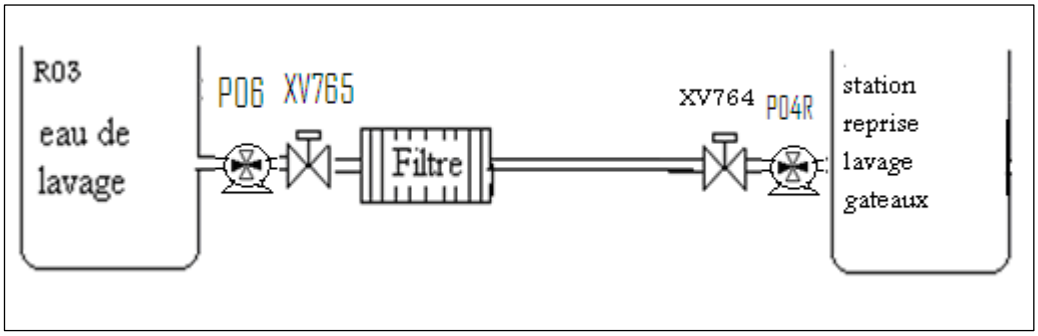


Figure 10 : Circuit de premier lavage gâteaux

IV- 4-5- deuxièmes lavages des gâteaux *:*

Le deuxième lavage des gâteaux permet de laver les gâteaux par l'eau traité auparavant à une température de 60°C afin de récupérer les P_2O_5, restant dans les gâteaux, sous forme d'eau acidifié qui sera stockée dans le bac R03 et utilisée comme eau pour le premier lavage.

IV-4-6- Compactage

Le compactage permet de compacter les gâteaux par l'air comprimé du ballon de purge avec une pression de 7 bars afin d'essorer le gâteau qui se trouve entre les plateaux et évacuer le maximum d'eau acidifié après le deuxième lavage(Fig11).

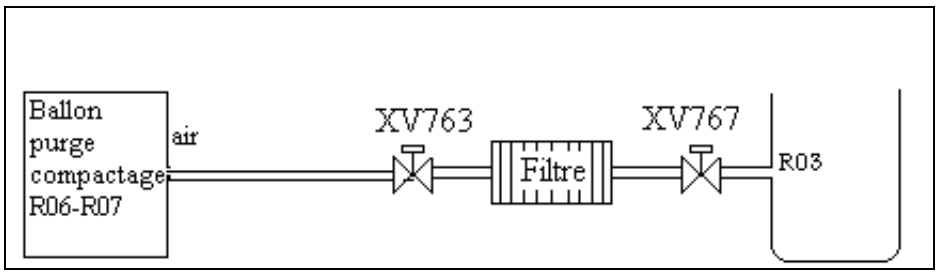


Figure 11 : Circuit de compactage

IV-4-7- séchage

Le but de séchage est de rendre les gâteaux entre les plateaux membranes et chambrés aride (Fig12).

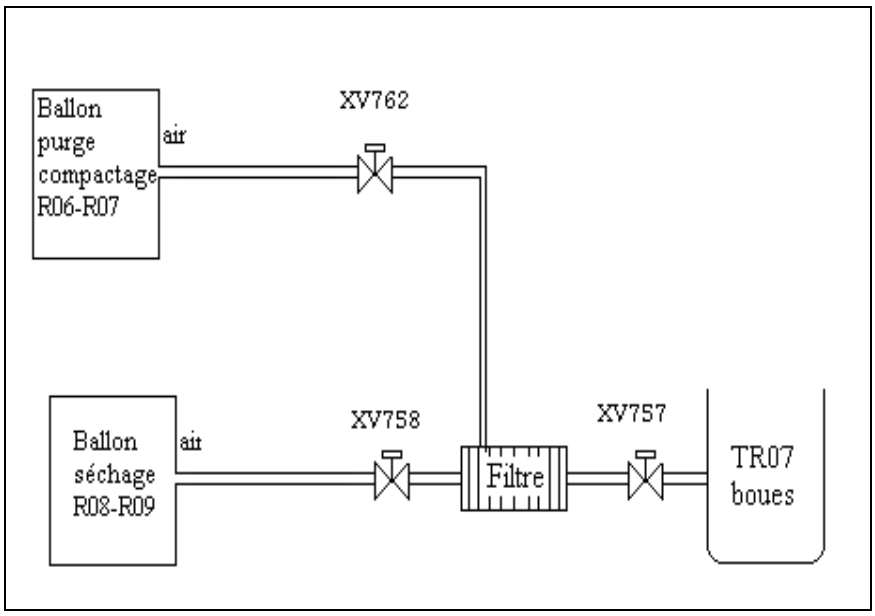


Figure12 : Circuit de séchage

IV-4-8- décompactage

Le décompactage permet de diminuer la pression entre les plateaux afin de faciliter la chute des gâteaux lors de débatissage.

IV-4-9-purge

La séquence de purge permet d'effectuer la purge des conduites des boues par l'air comprimé pour la préparation de cycle suivant.

IV-4-9-1- Circuit de purge

La purge permet d'évacuer la conduite du filtre par l'air comprimé et déverser les boues dans le bac TR07 (Fig13).

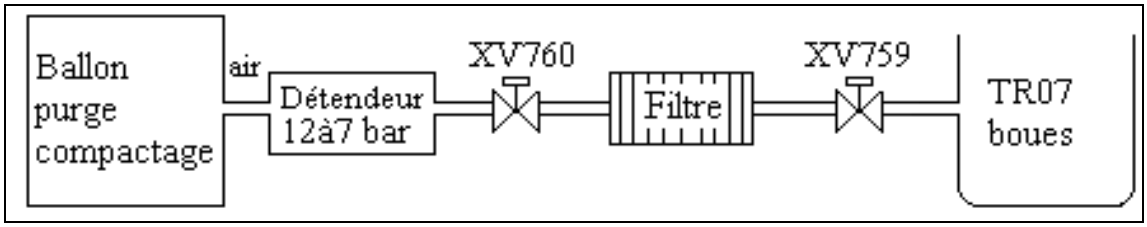


Figure 13 : Circuit de purge

IV-4-10- Dé bâtissage

La séquence de débatissage permet d'émietter les gâteaux afin de faciliter leurs évacuations (Fig14).

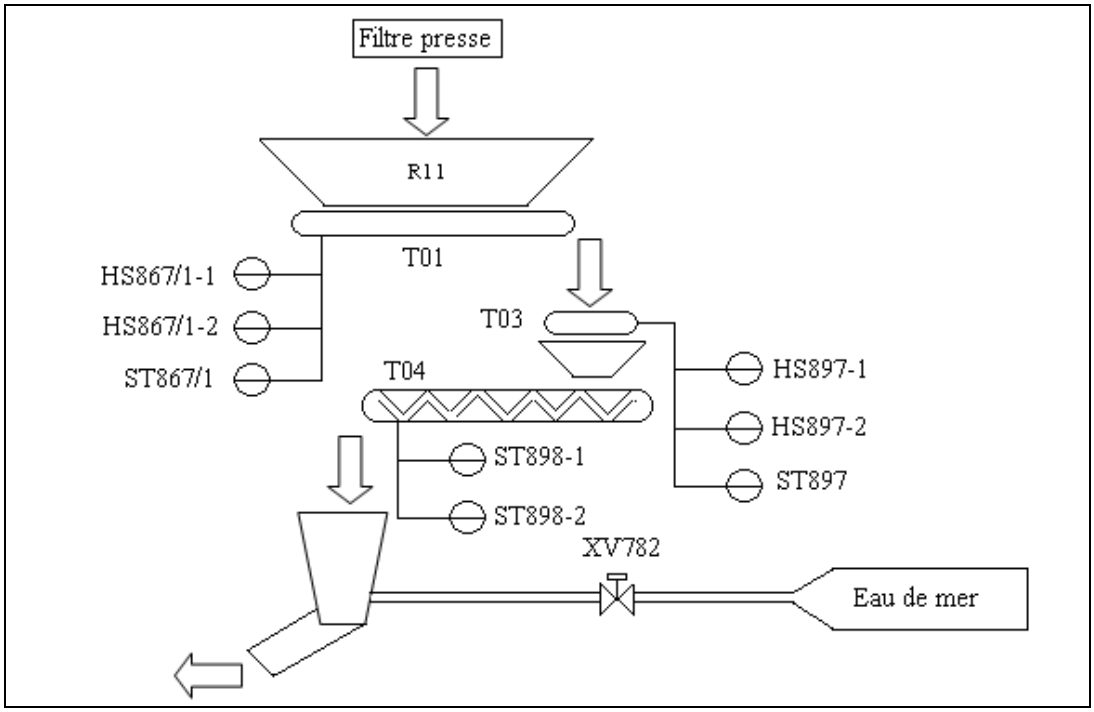


Figure 14 : Circuit de débâtissage des gâteaux

IV-4-11- Circuit de lavage HP

Le lavage à haute pression permet de laver les plateaux par l'eau chaude afin de préparer le filtre pour une nouvelle filtration.

IV-5- Calcul du rendement de la filtration des boues

Le rendement chimique est exprimé à partir des pertes en P_2O_5 dans le gypse.

Il s'agit de P_2O_5 imprégnant le gypse après lavage. Ces pertes en P_2O_5 sont liées à l'état des toiles filtrantes.

L'expression du rendement chimique est donnée par la formule suivante :

$$R = 1 - \frac{(P2O5)_{gateau} * (TS)_{boues}}{(P2O5)_{boues} * (TS)_{gateaux}}$$

- $(P_2O_5)_{gâteaux}$: C'est la teneur en P2O5 dans le gâteau.
- $(P_2O_5)_{boues}$: C'est la teneur en P2O5 dans les boues.
- $(TS)_{boues}$: C'est le taux de solide dans les boues.
- $(TS)_{gâteau}$: C'est le taux de solide dans le gâteau.

IV-5-1- La teneur en P_2O_5

IV-5-1-1- Mode opératoire

On introduit 0,5 g de l'échantillon dans une fiole jaugée à 500 ml puis on complète avec l'eau distillée.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, on introduit 5 ml de la solution précédente, on ajoute 25 ml de la solution de vanadomolybdique et on complète avec l'eau distillée à 100 ml. Pour complexer les molécules de P_2O_5, on laisse cette solution se réagit pendant 30 min (solution S1).

On trace la courbe densité optique en fonction de la concentration des étalons qui varie entre 0-5 et 4 mg/l (DO= f(C)).

Après 30 min, on mesure la DO de la solution S1 à une longueur d'onde de 430 nm.

IV-5-1-2- Calcul de la teneur P_2O_5

Pour trouver la concentration de P_2O_5 dans l'échantillon on procède comme suit :

-On trace la courbe d'étalonnage DO= f(C) et on déduit la teneur en P_2O_5 en projetant la valeur mesurée de DO de la solution S1 :

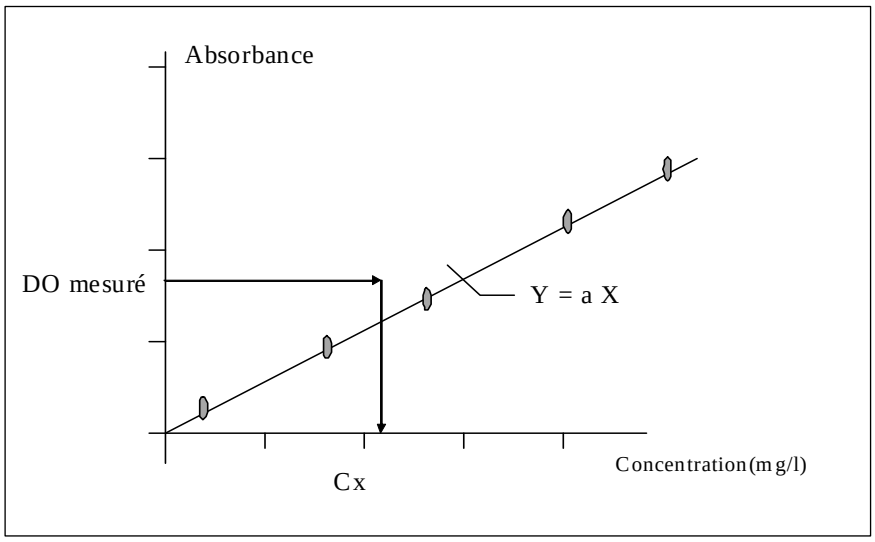


Figure 15 : courbe d'étalonnage DO = f(C)

D'après la courbe ci-dessus en déduit Cx la concentration massique de P_2O_5 dans 5 ml, on applique la rège de trois et on trouve la concentration de P_2O_5 dans 500 ml.

Alors la teneur en P_2O_5 est exprimée par la relation suivante :

$$\%P_2O_5 = \frac{Cx * 10}{PE}$$

- Cx : C'est la concentration massique de P_2O_5 dans l'échantillon.
- PE : C'est la prise d'essais de l'échantillon.

IV-5-2- Taux de solide

IV-5-2-1- Mode opératoire

On centrifuge 10 ml la solution à analyser pendant 15 min à 1500 t/min après on mesure le pourcentage volumique de culot qui nous permet de déduire le pourcentage massique de la solution à partir d'un tableau de référence existant au laboratoire.

IV-5-3-densité

La densité de la solution est mesurée directement par un densimètre.

IV-5-4- Présentation des résultats

On applique les relations citées au dessus et on aboutit aux résultats suivants :

Analyses											REND
Boues			Acide Fort			Acide Moyen			Gâteau		
D	% P_2O_5	%TS	D	% P_2O_5	%TS	D	% P_2O_5	TS	% P_2O_5	TS	
1711	42.82	17.42	1594	52.69	0.38	1182	18.32	0.08	13.08	65.49	91.87
1730	41.11	20.34	1520	47.91	0.37	1172	17	0.08	1.23	67.23	99.09
1700	44.80	15.24	1574	47.38	0.37	1139	17	0.28	10.32	68.75	94.89
1707	41.21	18.62	1554	47.26	0.21	1184	18.58	0.12	10.32	64.6	92.78
1694	40.50	18.52	1564	46.85	0.37	1154	14.97	0.08	4.32	67.8	97.09
1708	41.13	18.86	1572	47.38	0.28	1190	18.32	0.18	4.35	65.92	96.97
1700	33.23	15.86	1550	46.68	0.27	1172	16.75	0.04	3.02	69.7	97.93
1670	4.83	15.67	1550	45.59	0.84	1171	16.35	0.04	7.92	70.52	63.56
1690	40.19	18.24	1563	45.61	1.09	1186	17.45	0.07	1.97	72.65	98.77
1724	43.9	20.17	1560	45.53	1.07	1186	14.45	0.08	7.61	75.66	95.38
1716	43.62	18.24	1604	50.88	0.263	1155	14.67	0.1	7.61	75.66	95.79
1690	43.62	14.82	1610	48.28	0.87	1160	16	0.1	1.86	69.86	99.10
1695	43.55	17.03	1510	42.54	0.32	1245	23.21	0.39	1.92	73.4	98.98

Les résultats obtenus montrent que le rendement en P_2O_5 est très élevé (supérieur à 90%). Ce qui montre que l'unité de filtration des boues à permis d'une part de récupérer le maximum de P_2O_5 imprégnant dans les boues et d'autre part de protéger l'environnement des rejets liquide de l'atelier phosphorique.

CONCLUSION

La durée de stage est une occasion d'allier entre pratique et théorique. Il permet de développer les compétences organisationnelles d'écoute et de communication pour s'adapter au monde du travail.

La période de stage effectuée à l'OCP m'a permis d'étendre mes connaissances et de capitaliser une expérience.

En outre, ce stage m'a été profitable dans la mesure où il m'a permis de voir de plus prés comment ça se passe dans la vie quotidienne de la société.

Toutefois, une période si courte ne permet pas au stagiaire de voir la totalité des aspects du monde professionnel.