

# REPUBLIQUE DEMOCRATIQUE DU CONGO

**UNIVERSITE DE LUBUMBASHI**

**FACULTE POLYTECHNIQUE**

**DEPARTEMENT DE CHIMIE INDUSTRIELLE**

**B.P. 1825**



## **RAPPORT DE STAGE EFFECTUE AU SEIN DE LA SOCIETE POUR LE TRAITEMENT DU TERIL DE LUBUMBASHI (STL/LUBUMBASHI)**

Présenté par **MWEBE MULENDA Jonas**  
Promotion : **Troisième bachelier**

**DECEMBRE 2021**

# REPUBLIQUE DEMOCRATIQUE DU CONGO

**UNIVERSITE DE LUBUMBASHI**

**FACULTE POLYTECHNIQUE**

**DEPARTEMENT DE CHIMIE INDUSTRIELLE**

**B.P. 1825**



## **RAPPORT DE STAGE EFFECTUE AU SEIN DE LA SOCIETE POUR LE TRAITEMENT DU TERIL DE LUBUMBASHI (STL/LUBUMBASHI)**

Présenté par **MWEBE MULENDA Jonas**  
Promotion : **Troisième bachelier**

**ANNEE CADEMIQUE 2020 - 2021**



**ANNEE ACADEMIQUE 2020 - 2021**

## **AVANT-PROPOS**

Le stage est une période de professionnalisation ou de formation pratique obligatoire dans un cycle d'études universitaires.

Cette période avait pour objectif de concilier les notions théoriques données par la faculté à la vie pratique qui nous attend.

Nous remercions tous les professeurs, chef des travaux et assistants de la faculté de polytechnique pour les enseignements qu'ils nous ont dispensés, lesquels aboutissent aujourd'hui sur la production de ce présent rapport.

Nous louons l'éternel Dieu des armées, le maître des temps et des circonstances pour le souffle nous accordé.

A mes parents pour m'avoir assuré l'éducation jusqu'à ce stade.

Nos remerciements s'adressent ensuite à la direction de la société STL, à Monsieur André Mayombo responsable du labo STL pour avoir accepté que nous passions notre stage dans leur département respectif précité. Nous remercions également Monsieur Jules Bavons Muteba qui a été notre encadreur durant notre séjour à STL.

Nous tenons enfin à remercier Monsieur Aaron, Monsieur Vincent, Monsieur Henry, Monsieur, Monsieur Christian, Monsieur Serge, Monsieur Kabila, Monsieur Patrick ainsi que tous les agents de la société STL.

## TABLE DES MATIERES

AVANT-PROPOS .....	1
TABLE DES MATIERES .....	II
LISTE DES TABLEAUX .....	III
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE I. PRESENTATION DE STL .....	2
2.1. Historique .....	2
CHAPITRE 2. ACTIVITE REALISEES .....	5
3.1. TECHNIQUE D'ECHANTILLONNAGE .....	5
3.1.1. INTRODUCTION .....	5
3.1.2. GENERALITES. ....	6
3.1.3 ECHANTILLONNAGE .....	7
B. PREPARATION DE LECHANTILLON. ....	10
CHAPITRE 3. TRAITEMENT DES EAUX.....	25
3.1. EAUX D'ALIMENTATION.....	25
3.1.1. LA FILTRATION .....	25
3.1.2. EPURATION PAR LES RAYONS ULTRA VIOLETS .....	26
3.1.3. EPURATION PAR L'AIR OZONE.....	26
3.1.4. STERILISATION PAR LE CHLORE .....	26
3.2. EAUX POUR LES GENERATEURS DE VAPEURS .....	28
3.2.1. EXAMEN CHIMIQUE DES EAUX.....	28
3.3. EAUX DESTINEES A L'INDUSTRIE .....	32
3.3.1 LA DURETE DE L'EAU.....	33
3.4. EAUX D'ALIMENTATION DES CHAUDIERES.....	35
CONCLUSION .....	38

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau 1. Correspondance entre mesh et mm .....</b>	<b>16</b>
<b>Tableau 2. Comparaison entre les résultats potentiométrie, labo MTK, en 1970.....</b>	<b>24</b>
<b>Tableau 3. Résultats des analyses effectuées sur les lots d'expédition Zinc/STL .....</b>	<b>24</b>
<b>Tableau 4. Classement des eaux.....</b>	<b>27</b>
<b>Tableau 5. Examen chimique des eaux.....</b>	<b>29</b>
<b>Tableau 6. Dureté totale.....</b>	<b>30</b>

## **INTRODUCTION**

Au terme de notre étude de bachelier, le stage est une période de professionnalisation ou de formation pratique obligatoire dans un cycle d'études universitaires.

L'université de Lubumbashi via la faculté de polytechnique s'est infligé cette obligation d'envoyer les étudiants dans les différentes institutions publiques et dans les sociétés privées. Pour notre part, nous avons effectué notre stage a la société STL au sein de laquelle nous avons eu à réconcilier toutes les théories apprises à la faculté, aux pratiques et aux réalités du monde professionnel.

En fait dans cette société, nous avons été affecté au laboratoire chimique d'analyse. Notre stage a commencé le lundi 08 novembre pour finir le vendredi 10 décembre 2021

Outre l'introduction et la conclusion, le présent rapport comporte trois chapitres à savoir : la présentation de STL, les activités réalisées et en fin sur le traitement des eaux.

## CHAPITRE I. PRESENTATION DE STL

### 2.1. Historique

Symbole de la capitale du Katanga, la grande province minière du Sud-Est du pays, le terril raconte la riche histoire industrielle de l'ancienne Elisabethville, fondée par les Belges à la fin du XIXe siècle, mais aussi le déclin de l'activité au début de la décennie 1990 – après des années d'incurie sous la dictature de Mobutu Sese Seko – et sa renaissance récente.

Ici, 14,5 millions de tonnes de résidus du traitement du cuivre ont été accumulées de 1924 à 1992.

Le projet de la Société pour le traitement du terril de Lubumbashi (STL) naît en 1995-96 dans l'esprit de l'homme d'affaires belge George Forrest, dont le groupe est le premier employeur privé de la RDC.

Les négociations commencent sous Mobutu mais les contrats sont signés en juin 1997, un mois après le renversement du « Léopard » par le chef rebelle Laurent-Désiré Kabila.

Le Groupe George Forest (GGF), basé au Luxembourg, s'allie alors à l'entreprise américaine OMG et à la compagnie minière publique congolaise Gécamines pour créer une société commune immatriculée à Jersey, GTL. Celle-ci détient 48% des parts de STL, dont le reste du capital se partage entre Gécamines et diverses entités du Groupe Forrest.

Objectif : investir 150 millions de dollars pour construire le plus gros four métallurgique d'Afrique et recycler 4,5 millions de tonnes de scories du terril pendant vingt ans.

La production démarre en 2000 en pleine deuxième guerre du Congo (1998-2003).

L'usine STL transforme des résidus contenant environ 2,2% de cobalt en un « alliage blanc » composé à 18% de cobalt, 11% de cuivre, le reste étant essentiellement du fer, dit Enzo Baccari, son directeur général.

Ce mélange est vendu et expédié par GTL à l'affinerie de cobalt d'OMG à Kokkola en Finlande, Gécamines touchant un pourcentage sur les ventes.

Recherché, le cobalt est utilisé en premier lieu aujourd'hui dans la fabrication des batteries rechargeables et des superalliages (pour l'aviation notamment).

Selon M. Baccari, STL produit environ 5. 500 t de cobalt et 3. 500 t de cuivre par an.

Chaque jour, des camions transportent de la scorie du terril jusqu'à l'usine voisine. Après séchage et adjonction de coke, 1. 000 tonnes de mélange sont fusionnés à près de 1. 400 degrés



pour donner l'alliage blanc, et de l'oxyde de zinc (22. 000 tonnes par an) revenant par contrat à Gécamines.

Fruit des résidus (environ 900 tonnes par jour), un nouveau terril est né au pied du premier.

GTL et STL sont discrets sur leurs états financiers. L'implantation de GTL à Jersey a été critiquée par plusieurs ONG comme favorisant l'évasion fiscale.

Selon les dernières données fournies par l'Initiative pour la transparence des industries extractives (ITIE), GTL a déclaré avoir versé environ 330. 000 dollars en impôts et taxes à l'Etat congolais en 2011, et STL 5,45 millions.

M. Baccari insiste sur les retombées locales de l'activité, directes avec quelque 350 emplois créés pour l'usine, bien payés par rapport aux normes congolaises, et indirectes.

Au début de la décennie 2000, un conflit a opposé Gécamines à OMG lorsqu'il est apparu que le groupe américain produisait du germanium – métal rare – à partir de l'alliage blanc, sans que Gécamines touche le moindre centime.

« Le problème est aujourd'hui réglé », assure Ahmed Kalej, administrateur délégué de Gécamines : sa société vend le germanium à OMG sur la base de la quantité que celui-ci déclare extraire à Kokkola, mais n'a pas les moyens de vérifier la réalité de ces déclarations.

Selon M. Kalej, Gécamines ne touche par ailleurs aucun dividende de GTL-STL depuis des années du fait d'une disposition comptable du code minier qui lui est peu favorable.

Depuis 2013, l'usine de Kokkola appartient au groupe américain Freeport-McMoran, et OMG s'est retiré de GTL, désormais détenu à 70% par le Groupe Forrest et à 30% par Gécamines. Les deux partenaires discutent du moyen de prolonger l'activité du four lorsque, dans quelques années, toutes les scories affectées à leur société commune auront été retraitées. Haut du formulaire

La société pour le traitement du terril de Lubumbashi STL en cige, est une société issue du partenariat entre la GECAMINE et le groupe chinois DAYE.

Elle est une entreprise se rouvrant à Lubumbashi sur la chaussée Laurent Désiré Kabila.

En effet STL est une société pyrométallurgique ayant comme alimentation de base scorie du terril de l'ex usine UL de la Gécamines, autre la scorie, la société est alimentée en arrivage(coke) et en électricité.

La Snel reparti selon les proportions suivantes ;

- Scorie ;96%
- Cokes ;4%
- Électricité Snel ; 32MW

Elle possède en son sein deux fours à savoir le four électrique a arcs et le four électrique à induction, le four électrique a arcs est alimente en scorie et en coke qui joue le rôle de réducteur selon la réaction suivante ;  $2\text{CuO} + \text{C} \rightarrow 2\text{Cu} + \text{CO}_2\uparrow$  (réaction de réduction carbo-thermique)

La société pour le traitement du terril de Lubumbashi a une capacité de production de 32000 T d'alliage blanc Co-Cu, fer et d'autres minerais sous forme de granules raffinée soit ;

- 5 500 T de cobalt
- 3 500 T de cuivre
- 22 000 T d'oxyde de zinc

## CHAPITRE 2. ACTIVITE REALISEES

De l'échantillonnage a la détermination des teneurs des différents échantillons (scories, étals) via la mise en solution telles sont les activités réalisées durant notre stage a STL et ce présent chapitre fera l'Object de l'explication détaillée de ces différentes méthodes.

### 3.1. TECHNIQUE D'ECHANTILLONNAGE

#### 3.1.1. INTRODUCTION

Rappel de quelques définitions de base.

- Un échantillon

Est une petite quantité d'un produit qui permet d'en apprécier les qualités ou d'en faire l'analyse. Il peut s'agir d'une fraction représentative d'une population ou d'un univers statistique.

- Echantillonner

C'est choisir, réunir des échantillons. En cybernétique, c'est définir la variation d'une grandeur par la suite de ses valeurs, appelées échantillons, à des instants définis, généralement périodiques.

Dans la vie en société on peut choisir les personnes qui seront interrogées au cours d'une enquête par sondage, en vue d'obtenir un résultat représentatif.

- L'échantillonnage

Est l'action d'échantillonner. Dans le cas qui nous intéresse l'échantillonnage consiste à prélever une fraction représentative de l'objet à mettre en valeur (gisement, expédition de minerais ou de concentrés, etc..) dans les limites d'un certain intervalle de confiance qui peut être estimé

Le mot échantillonnage est couramment utilisé avec un double sens :

Au sens étroit l'échantillonnage est une opération élémentaire de prélèvement d'une certaine fraction d'un lot de matière, sans que cette dernière ne subisse aucune transformation. On dit qu'il s'agit d'un étage d'échantillonnage. Aussi nous utilisons couramment le verbe échantillonner pour désigner l'opération primaire de prélèvement.

Au sens large l'échantillonnage des opérations qui partant d'un lot à échantillonner aboutissent à un échantillon provisoire ou final.

C'est habituellement une succession d'étages de fragmentation de la matière, d'homogénéisation, de séchage....

La préoccupation fondamentale de toute réflexion concernant l'échantillonnage est basée sur l'élimination des erreurs systématiques et le maintien des erreurs aléatoires accidentelles à l'intérieur d'un intervalle acceptable. C'est dans ce cadre que nous présentons ce module comme outil de travail pour tout échantillonneur car des échecs dans les aventures

minières et métallurgiques et dans beaucoup d'autres transactions sont souvent attribuées à des erreurs d'échantillonnage.

Le contrôle de qualité est une nécessité à tous les échelons de l'industrie et pour tous les produits : produits à l'état brut, en cours d'élaboration et surtout sous forme commerciale.

Cette nécessité apparaît en effet indispensable tant pour le bon fonctionnement commercial de l'entreprise que pour l'exploitation correcte des installations de production.

La détermination des caractéristiques habituellement nécessaires pour définir techniquement ou commercialement un lot de matière fait appel à :

- Des mesures physiques (Par exemple : La détermination de la masse volumique.
- Des mesures chimiques (Par exemple : La détermination de la teneur)
- Des mesures mécaniques (Par exemple : Au broyage, à la concentration, à la filtration).

Ces essais ne peuvent pas être entrepris sur la totalité du lot, soit parce qu'ils sont destructifs, soit parce qu'ils seraient trop coûteux ; on est donc amené à les faire sur une petite quantité de matière extraite du même lot qu'on nomme "Echantillon".

L'échantillon issu d'un lot de matière doit être le plus représentatif possible de ce dernier, c'est-à-dire l'écart entre la qualité réelle, qui est inconnue, du lot et celle de l'échantillon doit être le plus réduit possible.

Nous traiterons ainsi de la théorie de l'échantillonnage, de l'outil d'échantillonnage, des exemples de procédures d'échantillonnage et de la préparation des échantillons.

### **3.1.2. GENERALITES.**

#### **QU'EST-CE QU'UN LOT DE MATIERE ?**

Les différents états de la matière

On distingue trois états de la matière :

- L'état solide : Corps dont les différents points sont à des distances invariables de sorte que sa forme et son volume sont déterminés. Le solide a donc une consistance mais il peut être tout aussi  $\pm$  mou.
- L'état liquide : corps n'ayant pas de forme propre, mais dont le volume est invariable. Le liquide peut couler ou a tendance à couler.
- L'état gazeux : Corps caractérisé par la fluidité, la compressibilité et l'expansibilité. Le gaz occupe le volume du récipient qui le contient.

N.B. : Le liquide et le gaz sont appelés les "fluides" parce que n'ayant pas de forme propre, ils sont déformables sans effort.

Exemple de matières traitées à la Gécamines

Plusieurs sortes de matières principalement en état solides liquide sont manipulés à la Gécamines et font l'objet d'échantillonnage tels que des :

- Produits de la mine : Minerais de cuivre et/ou cobalt, minerai de zinc, calcaire, charbon
- Produits de concentrateurs : de la pulpe, des concentrés et des rejets.
- Produits de la métallurgie : Métaux (cuivre, cobalt, zinc, cadmium, nodules...), les pulpes, les solutions, les boues électrolytiques.

Un lot de matière.

C'est une certaine quantité ou un certain volume de matière dont on connaît la nature. Cette nature n'est connue que par l'aspect visuel, de sorte qu'on parle par exemple d'un lot de cuivre, d'un lot de cobalt, d'un lot de scorie, d'un lot de concentré....

Un lot peut être en place ou en mouvement comme il peut être manipulé ou non. Il peut se présenter sous forme :

- De tas
- D'un ensemble de sacs contenant une matière
- D'un wagon ou d'une rame de wagons contenant un produit.
- D'une matière qui passe dans une tuyauterie
- D'une matière qui passe sur une bande transporteuse...

Pour un écoulement continu, le lot est délimité par un temps bien précis : une heure, 2 heures, un poste de travail, un jour, une semaine, une décade, un mois.... Ainsi on parlera d'une alimentation horaire, d'un écoulement bi horaire, d'une production journalière. . .

### **3.1.3 ECHANTILLONNAGE**

#### **A. EXEMPLES D'ECHANTILLONNAGE DE QUELQUES LOTS**

##### **A.1 ECHANTILLONNAGE MANUEL DES LOTS MANIPULABLES**

Un lot de minerai est manipulable lorsqu'il est susceptible d'être entièrement manipulé par des moyens humains à un prix de revient compatible avec l'objectif final de l'échantillonnage.

##### **A.1.1. ECHANTILLONNAGE DES SOLIDES PAR PRELEVEMENT D'UNE PELLETEE SUR DEUX (PELLETAGE ALTERNE)**

Le lot à échantillonner doit être disposé sur une aire plane, lisse et facile à nettoyer (surface cimentée ou plaque de tôle épaisse) assez grande pour que toutes les opérations s'y déroulent.

On reprend le tas de départ à l'aide d'une pelle en disposant alternativement les pelletées en deux nouveaux tas jumeaux A et B. Chaque tas constitue un échantillon potentiel. On peut reprendre l'opération sur un des échantillons formés afin de réduire la masse.

### **A.1.2. ECHANTILLONNAGE DES PULPES PAR PRELEVEMENT D'UN RECIPIENT SUR DEUX.**

Un lot de pulpe étant disposé dans une cuve, on procède au vidage de celle-ci à l'aide d'un récipient adéquat que l'on déverse alternativement dans deux cuves réceptrices A et B. Ainsi on a deux échantillons jumeaux A et B.

Il ne faut pas oublier que la pulpe est une suspension des solides dans un liquide. Au repos les solides ont tendance à se déposer selon la densité, selon la forme, d'où les précautions à prendre, un dispositif d'agitation mécanique ou de barbotage d'air est également fort précieux.

### **A.1.3. ECHANTILLONNAGE DES SOLIDES PAR QUARTAGE.**

On transforme le tas en cône, on étale la pointe du cône à la pelle afin de le transformer petit à petit en une galette aplatie de contour circulaire ou en couronne.

On partage en quatre parties, on regroupe chaque fois deux quartiers opposés pour constituer les tas A et B qui sont aussi deux échantillons jumeaux. L'opération est reprise au moins 4 fois sur les tas regroupés jusqu'à l'obtention de l'échantillon final. L'idéal est d'utiliser 2e personnes pour faire cette opération.

### **A.1.4. ECHANTILLONNAGE DES SOLIDES A L'AIDE D'UNE DIVISEUSE A RIFFLES OU COULOIRS.**

Ce sont des appareils composés d'une juxtaposition de couloirs inclinés, dirigés alternativement vers un côté et vers le côté opposé. Ces riffles ou couloirs doivent toujours être en nombre paire, généralement compris entre 10 et 20.

Chaque fois qu'on va verser la matière sur la diviseuse, on obtiendra deux tas qui sont en fait deux échantillons jumeaux.

### **A.1.5. ECHANTILLONNAGE DES SOLIDES PAR PRELEVEMENT D'UNE PELLETEE SUR N.**

Le lot à échantillonner étant un tas de forme quelconque, l'opérateur procède à son déplacement par pelletage, en formant deux nouveaux tas, le premier recevant une pelletée sur n constitue l'échantillon alors que le second, recevant les n-1 autres pelletées du cycle constitue la souche.

### **A.1.6. ECHANTILLONNAGE DES PULPES PAR PRELEVEMENT D'UN RECIPIENT SUR N.**

Voir le point 3.1.2 et le point 3.1.5.

### **A.1.7 ECHANTILLONNAGE DES SOLIDES ET DES PULPES A L'AIDE DES DIVISEUSES ROTATIVES.**

On distingue deux types principaux d'appareil :

- Les échantillonneuses –diviseuses à distribution tournante

- Les échantillonneuses- diviseuses à sole tournante.

Ces appareils ont en commun la propriété de diviser le lot en n fractions jumelles.

- **Les échantillonneuses –diviseuses à distribution tournante**

Un cône fixe d'alimentation réceptionne la matière qu'il déverse dans un distributeur rotatif tournant à une vitesse constante autour d'un axe vertical. Le distributeur est habituellement fixe à l'extrémité de l'arbre d'un motoréducteur dispose dans le socle au-dessus d'une couronne répartitrice.

Cette couronne peut être faite de petites trémies juxtaposées, à parois verticales, occupant des angles au centre égaux, souvent de 30 degré ou d'un multiple de 30 degré.

Utilisée comme échantillonneuse, on se contente de recueillir un ou plusieurs récipients ( $30^\circ = 1/12$  du lot) et constituer la souche avec les autres.

- **Les échantillonneuses –diviseuses à sole tournante**

Dans les appareils à sole tournante, l'organe de distribution ou d'alimentation est fixe ; par contre, la couronne de répartition, solidaire de la sole de l'appareil, tourne autour d'un axe vertical. Ces appareils sont comparables aux appareils à distribution tournante en ce qui concerne le fractionnement du lot mais leurs capacités sont souvent faibles et ils travaillent toujours en discontinu.

## **A.2. ECHANTILLONNAGE DES LOTS DE MINERAIS NON MANIPULABLES EN COURS D'ÉCOULEMENT**

Il s'agit là d'un des problèmes d'échantillonnage les plus importants. Il couvre l'échantillonnage de l'alimentation des laveries, des produits en cours de traitement, des concentrés, des résidus, des minerais en cours de chargement continu sur camion, wagons, bateaux, etc. . . .

Trois possibilités d'échantillonnage d'un courant de minerai :

- **Echantillonnage par prélèvements transversaux :**

C'est le prélèvement de la totalité du courant de minerai pendant une fraction de temps d'écoulement. Un courant de matière pouvant schématiquement être représenté par un ruban de faible largeur, d'une certaine épaisseur et d'un très grand allongement, ce type de prélèvements correspond à une série de coupes transversales du ruban.

➤ **Echantillonnage par prélèvements longitudinaux** : C'est le prélèvement d'une fraction du courant de matière pendant la totalité du temps d'écoulement. Ce type de prélèvement correspond à une série de coupes longitudinales du ruban.

➤ **Echantillonnage par prélèvements quasi ponctuels** : C'est le prélèvement d'une fraction du courant de matière pendant une fraction de temps. Les prélèvements opérés apparaissent à l'échelle du lot, comme quasi ponctuels.

### **A.3. ECHANTILLONNAGE DES LOTS DE MINERAIS NON MANIPULABLES AU REPOS.**

C'est un cas pénible à traiter. Très souvent, on est amené à faire l'échantillonnage par grappillage sans connaître la nature intérieure du lot. Plus le minerai est grossier plus il est difficile d'obtenir un échantillon représentatif.

Pour prélever l'échantillon, on commence par dégager la partie superficielle, puis on introduit l'outil d'échantillonnage le plus profond possible.

Les différents points de prélèvement seront repartis de sorte à parcourir toute la surface du lot. Si, la sonde qui est utilisée, la direction de pénétration doit être perpendiculaire à la surface du lot.

#### **A.3.1 Répartition des points de prélèvement sur un lot en forme de montagne**

On part toujours du sommet de la montagne vers le bas. Chaque fois qu'on descend de hauteur on augmente le nombre de prélèvement de 2 c'est-à-dire ; le sommet correspond au premier point de prélèvement ; puis on descend de 1mètre, on prend 3 points autour de la montagne ; ensuite on descend de 1 mètre, on prend 5 points . . .

N.B. Si la montagne est en forme allongée, le point de départ ne sera pas unique ; le nombre de points au sommet sera de  $n$  et quand on va descendre, ce nombre sera de  $n+2$ ,  $n+4$ .

#### **A.3.2 Répartition des points de prélèvement sur un lot contenu dans un wagon ouvert**

Très souvent les produits qu'on met dans les wagons sont des concentrés humides. Il est plus facile d'échantillonner lors du chargement ou du déchargement du wagon mais il arrive des fois que la demande est formulée quand le produit est déjà chargé. Dans ce cas, on est obligé de considérer le lot comme non manipulable au repos. Le concentré est un produit qui a subi une homogénéisation partielle lors de l'opération métallurgique (décantation par exemple), en plus, le produit est fin : il suffirait de prélever dans les 4 coins à 1 mètre chaque fois du bord, on a un échantillon qui représente le wagon.

N.B. Si le wagon est rempli d'un minerai d'une certaine granulométrie, il sera question d'augmenter le nombre de points.

### **B. PREPARATION DE L'ECHANTILLON.**

La préparation est l'ensemble des opérations qui, partant de l'échantillon primaire aboutissent à échantillon final sur lequel les essais vont se porter.

Ces opérations sont :

- La filtration
- Le séchage.
- Le pesage des échantillons
- Le broyage et la pulvérisations



- L'homogénéisation
- La division de l'échantillon
- Le tamisage et la séparation granulométrique
- La pondération de différentes fractions d'un échantillon.

Toutes ces opérations sont appelées opérations unitaires.

### **B.1. LA FILTRATION**

La filtration consiste au passage d'une suspension à travers un milieu poreux qui laisse passer le liquide ou le gaz et retient les particules solides. Le milieu poreux peut être de nature variable : Un simple papier filtre, un lit épais de sable et de gravier, une toile filtrante sur laquelle se déposent les particules de la suspension.

Comme la traversée du milieu poreux s'accompagne d'une chute de pression non négligeable, il est nécessaire pour combattre la perte de pression du liquide et d'accélérer la filtration soit d'appliquer une surpression sur la suspension alimentée appelée préfiltre soit de soumettre le liquide filtré appelé filtrat à une dépression soit encore de réaliser la filtration non pas dans le champ de la pesanteur mais dans un champ centrifuge.

On parle selon le cas de la filtration sous pression (ex. : filtre presse), de la filtration sous vide (le vide est souvent créé par un trompe-eau ou par une pompe) ou de la filtration centrifugeuse (ex : les cyclones).

La filtration donne lieu à un résidu appelé gâteau et une solution appelée filtrat.

### **B.2. LE SECHAGE**

L'état naturel d'un minerai, qu'il soit tout venant ou concentré, est un état humide.

Même lorsqu'il semble sec ; il est bien rare que ce minerai ne recèle pas quelques traces d'humidités (1 à 2 % ou plus.). L'état sec n'est atteint habituellement qu'à l'issue d'un séchage artificiel et est bien souvent un état instable.

L'humidité d'un minerai est constituée par l'eau libre retenue par capillarité ou absorbée à la surface de ses fragments, pores, ou cavernes de ceux-ci. Dans certains minerais à structure extrêmement fine (argile, hydrate de Shinko. . .), cette eau libre peut se trouver à l'état naturel en proportion considérable (40% et plus). Il ne faut pas, bien entendu, confondre cette eau libre ou humidité avec l'eau de constitution qui entre dans le réseau cristallin dans des proportions bien définies.

Le séchage consiste à faire partir l'eau libre de la matière sans que cette dernière ne subisse aucune transformation chimique : oxydation par exemple. La température de séchage et le temps de séchage doivent être bien définis pour avoir les résultats escomptés. C'est pourquoi il est conseillé d'utiliser les étuves comme mode de séchage et non les plaques chauffantes par exemple puisqu'elles chauffent brutalement.

Chaque type de matière a une température appropriée de séchage.

Exemples : Les concentrés oxydés : 110°C

Concentrés sulfurés : 80°C

Les Charbons : 40°C

### **B.3. LA PESEE**

Il s'agit de la détermination de la masse exacte de l'échantillon au moyen des appareils appelés balances. Une balance est caractérisée par une échelle qui est graduée selon le pas. C'est-à-dire, une balance à un poids minimum et maximum qu'elle peut supporter tout comme elle une graduation qui peut se lire sur l'écran ou le cadran.

Exemple : une balance de 100 kilos à une échelle de 0 à 100 kg et des graduations de 0, ½, 1, 1 ½, 2, 2 ½, ... 99 ½, 100. Pour une masse de 62,750kg, l'aiguille va se situer entre 62,5 et 63 kg sur l'échelle de lecture.

Pour une bonne pesée, on commence par approximer la masse de l'échantillon ensuite on va chercher à encadrer cette masse par une échelle de balance la plus faible possible, c'est alors qu'on peut passer à la pesée.

Exemple : pour peser une masse de 600 g, on choisira une balance qui a pour échelle 0 - 1200 g et non une balance de 0 - 100 kg.

Remarque : il faut toujours éviter de se retrouver dans les limites de l'échelle d'une balance.

Exemple : on veut peser une masse de 1,19 kg sur une balance de 1,200 kg ; vaut mieux changer de balance et prendre celle de 5 kg.

### **B.4. LA DETERMINATION DE L'HUMIDITE**

Pour déterminer l'humidité d'un échantillon, les opérations suivantes sont à considérer :

- La pesée humide ;
- Le séchage ;
- La pesée à sec ;
- Le calcul de l'humidité.

NB : la pesée se fait habituellement dans un pan bien taré.

Si

- T est la tare du pan ;
- $P_H$  : le poids brut de l'échantillon humide,
- $P_S$  : le poids de l'échantillon sec.

Alors  $\% H_2O = \frac{P_H - P_S}{P_H - T} \times 100$  : Humidité.

## B.5. LE BROYAGE ET LA PULVERISATION

Toute opération de réduction de masse de l'échantillon primaire s'accompagne d'opération de réduction de dimension par le broyage et la pulvérisation. Dans le domaine du broyage on utilise couramment :

- **Les broyeurs à mâchoires (concasseurs)** : la matière à broyer vient s'écraser entre deux mâchoires disposées en forme de V. Une des deux mâchoires est fixe, l'autre est mobile. le broyage est occasionné par le mouvement de va et vient de la mâchoire mobile qui se rapproche et s'éloigne de la mâchoire fixe.
- **Les broyeurs giratoires** : sont constitués d'une chambre de concassage conique et fixe appelée cuve. La partie mobile occasionnant le broyage est un cône noix ou cloche intérieure a la chambre de concassage et suspendu au sommet de son axe de rotation.
- **Les broyeurs à cylindres** : la matière a fragmenter est alimentée entre 2 cylindres lisses tournant en sens inverse a la même vitesse ou a des vitesses différentes. Pour que les grains ne soient pas rejetés a l'extérieure, il est nécessaire que l'écartement entre les cylindres soit suffisant.
- **Les broyeurs à marteaux** : les marteaux sont fixes à un rotor. Lors de la manipulation, la matière alimentée est projetée à des plaques fixes qui assurent le broyage par choc.
- **Les mortiers** : le broyage se fait en encrassant la matière dans un creuset par le mouvement de haut en bas du piston.

Dans le domaine de pulvérisation on utilise :

- Les broyeurs à boulets : ils pulvérisent la matière par écrasement au moyen d'une charge des boulets en mouvement libre de chute à l'intérieur d'un tambour tournant. La vitesse de rotation d'un tambour sera telle qu'on ne provoquera pas la centrifugation des boulets c'est-à-dire, une vitesse inférieure à la vitesse critique.
- Les broyeurs à barres : les corps broyant sont des barres à l'intérieur du tambour en rotation. Le broyage est réalisé par frottement ou par roulement des barres les unes sur les autres. Ces broyeurs sont reçus de sorte que les barres restent toujours parallèles à l'axe de rotation.

NB : les broyeurs à boulets et les broyeurs à barres sont souvent utilisées dans les industries de concentration.

- Les vibro-broyeurs ou les broyeurs vibrants : ils sont composés des capacités cylindriques et dans chaque capacité roule un anneau et un noyau central. Les capacités sont montées sur un châssis qui par des mouvements de vibration communiqués par un moteur occasionne le broyage.
- Les pulvérisateurs à disques : deux disques : un fixe et l'autre mobile sont disposés parallèlement et verticalement. Par la rotation à une grande vitesse du disque mobile, le broyage est opéré. L'alimentation se fait par le centre du disque fixe et la sortie entre les deux disques après broyage. L'écartement des disques détermine la granulométrie de broyage.

## B.6. L'HOMOGENISATION

Homogénéiser un lot de matière signifie qu'on cherche à obtenir un lot dont la distribution des fragments est faite au hasard en agitant énergétiquement le lot en tous sens ou en assurant le mélange par tout moyen supposé efficace, mais attention : en agitant les lots des minerais on peut aussi faire une concentration gravimétrique. Un lot de matière a toujours été hétérogène au départ et son hétérogénéité réside à deux niveaux :

### a) Hétérogénéité de constitution

Elle résulte de la dispersion du caractère considéré entre les différents fragments qui composent le lot. Elle est par définition indépendante de la distribution spatiale des fragments. Il en résulte que le mélange n'a aucune prise sur elle et qu'il est impossible de la modifier à moins de transformer la structure de la matière par fragmentation.

### b) Hétérogénéité de distribution

Elle résulte de la dispersion du caractère considéré entre différents groupes de fragments provenant de la subdivision spatiale du lot suivant un processus (idéal ou matériel) déterminé à une échelle déterminée. C'est une fonction complexe de l'hétérogénéité de constitution d'une part, de la distribution spatiale des fragments d'autre part, et enfin de l'échelle d'observation.

Donc l'homogénéisation ne corrige que l'hétérogénéité de distribution. Seuls les lots de masse manipulable peuvent faire l'objet d'une tentative d'homogénéisation spatiale. Pour mieux homogénéiser, il faut appliquer à la matière des mouvements brusques et désordonnés. Il existe des appareils qui sont supposés réaliser l'homogénéité spatiale de lots qu'on introduit. Ce sont :

- Des capacités fermées en fonction de cube, tournant autour d'un axe qui passe par une grande diagonale.
- Un assemblage des cylindres dont les axes forment la lettre V et tournant autour d'un axe horizontal qui passe par le centre de gravité.
- Le roto mixer : capacité cylindrique actionnée par une machine qui lui communique un mouvement 8 lors de la rotation.

Nous pouvons réaliser l'homogénéisation d'un lot manipulable par les méthodes manuelles :

- Par la méthode de cône-couronne : on transforme progressivement le lot en un cône régulier au sommet duquel on déverse les pelletées successives de matière. Le cône étant formé, on ouvre progressivement la pointe avec une pelle jusqu'à former une couronne. Les opérations successives cône-couronne, couronne-cône... peuvent nous amener à l'homogénéisation du lot.
- Par l'moyennisation sur tapis : l'échantillon est déposé sur un tapis et on essaye de lui communiquer un mouvement en 8 en manipulant successivement les quatre coins.

NB : on obtient une bonne répartition de la pulpe que dans un mouvement de turbulence. Pour avoir cette forte agitation on peut utiliser l'air comprimé, un agitateur mécanique, une pompe, ...

## B.7. LA DIVISION DE L'ÉCHANTILLON

Comme nous l'avons dit, le poids de l'échantillon pouvait aller jusqu'à quelques centaines de kilos. Ce n'est pas sur une telle masse qu'on peut porter les analyses (essais), par conséquent, on est obligé de réduire sensiblement la quantité de départ par différentes étapes de division afin d'avoir une masse acceptable sur laquelle la prise d'essai doit s'effectuer.

Nous tiendrons toujours compte de la représentativité à chaque étape de la division, d'où les précautions à prendre avant l'opération : Pour une granulométrie grossière, un broyage suivi d'une homogénéisation s'avère nécessaire avant toute division.

✓ Le quartage : C'est la méthode de division par cônes et quartiers. Elle donne des résultats satisfaisants quand bien même elle est limitée à des lots de faible importance (masse inférieure à une tonne et la granulométrie ne dépassant pas 100 mm). On forme d'abord le cône comme pour l'homogénéisation. On étale la pointe du cône à la pelle afin de la transformer petit à petit en une galette aplatie de contour circulaire. On partage en quatre quartiers 1 galette ainsi obtenue en traçant deux diamètres perpendiculaires. Le lot étant ainsi partagé en quatre parties, on prélève deux quartiers opposés pour constituer l'échantillon en considérant les deux quartiers restants comme la souche de l'opération. Ainsi, on a divisé l'échantillon ou le lot de départ en deux. On peut recommencer les mêmes opérations sur l'échantillon obtenu jusqu'à l'obtention de l'échantillon final désiré.

✓ Les diviseuses à riffles ou à couloirs :

Ce sont des appareils composés d'une juxtaposition de couloirs inclinés, dirigés vers un côté et vers le côté opposé. Ces riffles ou couloirs doivent toujours être en nombre paire, généralement compris entre 10 et 20. Vu de dessus, la diviseuse se présente comme une grille à barreaux parallèles dont la surface de travail, plane et horizontale est délimitée sur les quatre faces par des parois inclinées formant une sorte d'entonnoir pyramidal. L'appareil se complète d'une pelle spéciale ayant exactement la longueur de la partie ouverte de la diviseuse. Sous les couloirs, des deux côtés, on dispose deux bacs rectangulaires destinés à recevoir les deux moitiés de la division. Pour remplir l'opération ; on versera l'échantillon sur la pelle d'alimentation, on l'étalera d'une façon aussi égale que possible sur toute la surface et déversera l'échantillon disposé sur la pelle à la hauteur du milieu des couloirs. Le déversement se fera par un mouvement d'inclinaison de la pelle lent et continu de sorte que le passage de l'échantillon dans les couloirs soit assuré et aussi qu'il n'y ait pas perte de matière. À la fin de l'opération, on secouera l'appareil de façon à faire tomber dans les bacs les poussières qui devraient adhérer aux parois des couloirs. Ainsi, l'échantillon de départ peut être divisé en deux échantillons jumeaux.

✓ Les diviseuses mécaniques

➤ Des diviseuses à distribution tournante : l'alimentation passe par une distribution rotative tournant à une vitesse constante autour d'un axe vertical. La sortie du distributeur décrit une couronne de rayon intérieur bien défini. D'habitude on place de petites trémies juxtaposées en dessous de la couronne. Ces trémies ont des parois verticales collées l'une sur l'autre et occupent des angles au centre égaux souvent de 30° ou d'un multiple de 30°.

Ainsi l'échantillon de départ peut être divisé en 2, 3, 4, 6 ou 12 échantillons jumeaux.

- Des diviseuses a sole tournante : ici, ce sont des trémies posées sur une sole qui tournent autour de l'organe de distribution qui lui est fixe.
- Des diviseuses vibrantes : par des mouvements de rotation sur un plan de faible inclinaison, la matière est alimentée sur une diviseuse qui se comporte comme diviseuse a riffles.

### B.8. LE TAMISAGE

Le tamisage est un procédé de classement qui permet d'obtenir plusieurs fractions granulométriques de grosseurs différentes en s'adressant a un ou plusieurs tamis. Presque toujours, on se sert des toiles métalliques tisses formant un tamis ou crible pour déterminer les dimensions des grains d'un niveau quelconque. Ces toiles sont fabriquées conformément à certaines normes avec le plus grand soin en veillant a ce que le fil métallique utilise ait exactement le même diamètre et que les distances entre ces fils soient rigoureusement les mêmes. Les ouvertures de ces toiles formées par le fil sont appelées "mailles".

Une toile est caractérisée par la dimension de ces mailles (par exemple : 1mm, 2mm..).

Souvent, spécialement dans les pays anglo-saxons, on exprime les dimensions d'une toile en nombre de mailles par pouce linéaire : ce nombre est appelé "mesh"

N.B. 1 Pouce = 2.54 cm

**Tableau 1. Correspondance entre mesh et mm**

MESH	mm
4	4.75
5	4.00
6	3.75
7	2.80
8	2.36
9	2.00
10	1.70
12	1.40
14	1.18
16	1.00
20	850 µm
24	710 µm
28	600 µm
32	500 µm
35	425 µm
42	355 µm
48	300 µm
60	250 µm
65	212 µm
80	180 µm
100	150 µm
115	125 µm
150	106 µm
170	90 µm
200	75 µm
250	63 µm
270	53 µm
325	45 µm
400	38 µm

Ces exemples correspondent aux normes ‘TYLER’. Cependant, il existe aussi d’autres normes, tel que : ASTM, NF, BS 410, DIM 4188, UNI 2332 . . . C’est la norme ASTM qui est pour le moment beaucoup plus utilisée dans notre société. Dans cette série on donne des numéros qui correspondent à des ouvertures bien déterminées. Exemple : tamis no. 30=600  $\mu\text{m}$ .

Pour tamiser une matière, on jette l’échantillon sur la toile et on secoue le tamis en essayant de faire passer les grains inférieurs aux dimensions de la maille aussi complètement sans les forcer.

La fraction qui passe est appelée les passants ou Under size et la fraction qui reste sur la toile est appelée les refus ou over size. Dans le langage courant, on désigne par +d ou –d les grains de dimensions supérieures à d ou inférieures à d, d étant l’ouverture du tamis.

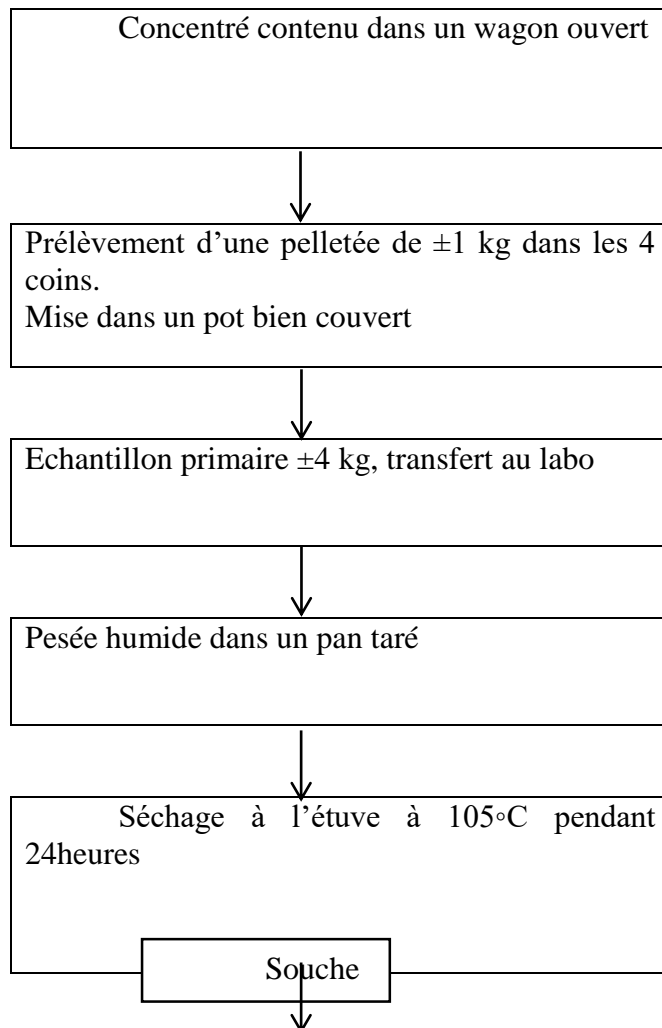
### C. PLAN D’ECHANTILLONNAGE

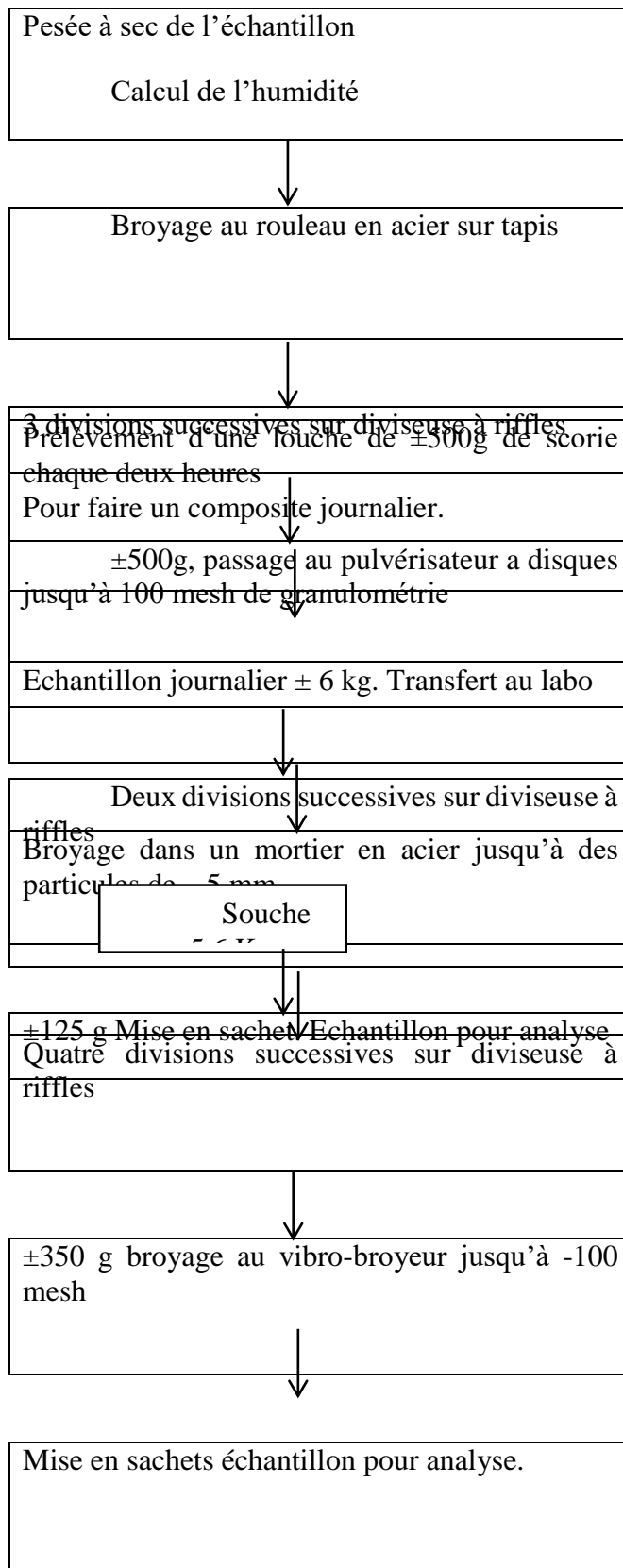
C’est la représentation schématique des opérations telles qu’elles se suivent depuis le lot à échantillonner jusqu’à l’échantillon final sur lequel les essais vont se porter.

D’une étape à une autre, une flèche indique comment les opérations se succèdent.

#### C.1 EXEMPLES :

❖ Le lot se présente sous forme de concentré de cuivre , humide a  $\pm 12\%$  contenu dans un wagon de 40 tonnes.





❖ Le lot se présente sous forme d'une scorie liquide a la sortie d' un four métallurgique :

## C.2 PAN D'ECHANTILLONNAGE ET DROITE DE SECURITE

La droite de P. Gy entre la masse minimum de l'échantillon et la granulométrie à chaque étape de l'échantillonnage donne une droite appelée de sécurité sur un papier log-log

$$M=kd^3$$

M=Masse minimum de l'échantillon



D=top-size des particules en cm

K=la constante de P. Gy qui varie entre 60.000 et 250.000 selon qu'on privilégie le cout ou la précision. K intermédiaire est de 125.000

Si on porte cette relation sur un diagramme log-log on a

$\text{Log } M = \log k + 3 \log d$  :

Log k est une constante. Il y a une relation linéaire entre log M et log d.

### **C.3. MISE EN SOLUTION ET ANALYSE D'ALLIAGE BLANC PAR ABSORPTION ATOMIQUE**

#### **2. objet et domaine d'application**

Détermination de la teneur en cobalt, cuivre et fer dans l'alliage blanc par spectrométrie d'absorption atomique.

#### **3. principe d'essai**

L'échantillon d'alliage est soluble dans un mélange d'acide à une température élevée en le brûlant dans une flamme (spectromètre AA 100, Perkin Elmer). Les atomes

libres produits absorbent les radiations (de longueurs d'ondes caractéristiques des éléments présentes) provenant d'une lampe cathodique. L'appareil mesure la quantité de radiations absorbées par les atomes libres, cette absorption est proportionnelle à la concentration des éléments dans l'échantillon analysé.

#### **4. aspects sécuritaires**

Le responsable du laboratoire doit s'assurer que tous les employés affectés à cette tâche sont courants des dangers liés à la tâche (brûlure, choc électrique, gaz comprimés, haute température, vapeurs et fumées acides...) et portent les équipements de protection individuels (EPI) exigés pour la tâche ;

\*bottines de sécurité

\*lunettes de sécurité

\*gants de sécurité

\*blouson ou tenue anti acide

#### **5. responsabilité**

Le responsable du labo doit mettre cette procédure à la disposition de tous les employés devant exécuter cette tâche et se rassurer qu'ils en ont pris connaissance et s'y conforment à chaque étape de celle-ci ;

Le responsable de laboratoire doit s'assurer que tous les employés assignés à la tâche sont suffisamment qualifiés et formés pour celle-ci ;

## 6. réactifs et matériels

- Acide nitrique 65% ;
- Acide chlorhydrique 37% ;
- Acide perchlorique 70% ;
- Acide fluorhydrique 40% ;
- Vase et couvercle en téflon de 100 ml ;
- Pipette de 10 ml ;
- Ballon de 100 ,250 et 1000 ml ;
- Plaque chauffante ;
- Solution mère Co, Cu et Fe à 1000mg/l ;
- Chlorure de lanthane p. a 99% (  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  ) ;
- Chlorure de césium p.a (Cs Cl)

## 7. procédure

- Peser 100 mg d'échantillon d'alliage sec ;
- Introduire l'échantillon dans un vase en téflon de 100ml ;
- Humecter l'échantillon de quelques gouttes d'eau ;
- Attaquer avec les acides repris au point 6(6ml HCL+3ml  $\text{HNO}_3$ +4ml  $\text{HClO}_4$ +2ml HF) à feu doux jusqu'à dissolution complète, puis continuer jusqu'à sirop ;
- Retirer de nouveau de la plaque ;
- Reprendre avec 2ml  $\text{HNO}_3$  ;
- Aller à fumée blanche en vue de faire une attaque oxydante ;
- Ajouter 20 à 30 ml d'eau distillée et bouillir pour dissoudre les sels en veillant à récupérer les particules collées aux parois du vase ;
- Refroidir ;
- Transvaser dans un ballon de 250 ml ;
- Ajouter de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge ;
- Homogénéiser ;
- Faire des dilutions appropriées à chaque élément à analyser en ajoutant (2% d' $\text{HNO}_3$ , 2%  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  et 2% Cs Cl en volume selon le cas) ; 10X pour le cuivre et cobalt, 50X pour le fer.

### 1. Analyse du zinc par l'EDTA

#### 1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est une méthode décrivant l'analyse du Zinc par EDTA

## 2. PRINCIPE D'ESSAI

Référence : Modes opératoires EMT/GCM- RQ/LCP

## 3. ASPECTS DE SECURITE

Le Responsable de Laboratoire doit s'assurer que tous les employés affectés à cette tâche sont au courant des dangers liés à la tâche (brulures, choc électrique, gaz comprimés, haute température, vapeurs et fumées acides ...) et portent les équipements de protection individuels (EPI) exigés pour la tâche :

- Bottines de sécurité
- Lunettes de sécurité
- Gants de sécurité
- Blouson ou tenue anti acide
- Masque anti poussières

## 4. RESPONSABILITES

- ✓ le Responsable de laboratoire doit mettre cette procédure à la disposition de tous les employés devant exécuter cette tâche et se rassurer qu'ils en ont pris connaissance et s'y conforment à chaque étape de celle-ci.
  - ✓ Le responsable de laboratoire doit s'assurer que tous les employés assignés à la tâche sont suffisamment qualifiés et formés pour celle-ci.
  - ✓ Tout employé impliqué dans cette tâche doit inspecter les outils avant de les utiliser pour se rassurer qu'ils sont en bon état et appropriés pour son application.
- Cet essai peut être effectué par n'importe quel analyste compétent.

## 5. PRINCIPE

Après séparation du  $\text{Fe}^{3+}$  et des alcalin- terreux en milieu ammoniacal, on dose en milieu tamponné le Zn à l'EDTA.

### INTERFERENCES

Dans les conditions d'analyse nous avons contrôlé l'effet des éléments suivants :

- $\text{SO}_4^{2-}$  : 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1+1 n'interfèrent pas
- $\text{Cu}^{2+}$  : 20 mg Cu (complexé au  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) n'interfèrent pas.
- $\text{Al}^{3+}$  : 20 mg  $\text{Al}^{3+}$  (Complexé au NaF) n'interfèrent pas.
- $\text{Cd}^{2+}$  : interfère puisque la teneur en cd dans les concentrés de zinc est assez constante dans l'ordre de 0.30 % nous déduirons 0,15 % du résultat de  $\text{Zn} = \frac{(0.30 \times 65)}{112}$
- $\text{Co}^{2+}$  : interfère. La teneur dans les concentrés de zinc est de l'ordre de 200 ppm donc négligeable comme interférence.
- Par précipitation des hydroxydes en milieu ammoniacale une partie de Zinc est Co précipité.

La détermination du titre EDTA se fera avec une solution standard de Zinc contenant une quantité de  $\text{Fe}^{3+}$  égale à celle se trouvant dans les échantillons.

## 6. MATERIELS ET EQUIPEMENTS

### 6.1.Réactifs

Utiliser seulement les réactifs de la catégorie analytique reconnue

Employer l'eau distillée ou l'eau dé ionisée.

- 6.1.1 Acide Nitrique concentré pour analyse :  $d=1,43$
- 6.1.2  $H_2O_2$  3% dilué 10 fois le réactif concentré pour analyse
- 6.1.3  $(NH_4)_2CO_3$  solution saturée à froid
- 6.1.4 Bleu de bromothymol : 0,1 g dans 100 ml de  $C_2H_5OH$
- 6.1.5 HCl concentré :  $d= 1,19$
- 6.1.6 HCl dilué 1+1
- 6.1.7 Solution tampon : dissoudre dans 250 ml d'eau 250 g de  $NH_4AC$  + 100 g de  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  + 50 g de NaF, dilué au litre.
- 6.1.8 Solution titrante : Solution à 20g /Litre dans l'eau d'EDTA. La solution sera étalonnée selon le mode opératoire indiqué plus haut et conservé dans un flacon polyéthylène.
- 6.1.9 Solution ferrique : 15 mg de Fer par ml.  
Dissoudre 130 g de  $Fe NH_4(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$  p.a dans l'eau et diluer au litre.
- 6.1.10 Xylénol- Orange : Dissoudre 1g de réactif sous forme de sel sodique dans l'eau et diluer à 100 ml.
- 6.1.11 Acide Nitrique : 65%  $d=1.43$
- 6.1.12  $NH_4Cl$  25%

### 6.2.MATERIELS

- 1.1.1 Vase en téflon de 250 ml avec verre de montre de 250 ml
- 1.1.2 Ballon jaugé de 1000ml, 500 ml, de 250ml, de 100 ml,
- 1.1.3 Une pissette.
- 1.1.4 Burette de 5à ml
- 1.1.5 Pro pipette
- 1.1.6 Compte-goutte
- 1.1.7 Flacons polyéthylène
- 1.1.8 Erlens de 600ml
- 1.1.9 Pipettes de 20 ml, 10 ml, 2 ml
- 1.1.10 Une balance analytique, capable de peser à 0.0001 g
- 1.1.11 Une plaque chauffante.

## 7. PROCEDE

Peser exactement 1,25 gr de matière convenablement broyé et séchée.

Humecter par environ 5 ml d'eau.

Ajouter 20 ml d'HCl concentré et 10 ml d' $HNO_3$  concentré.

Chauffer immédiatement sur la flamme modérée d'un bunsen tout en agitant jusqu'au commencement d'ébullition (cette opération a pour but d'empêcher la matière d'adhérer au fond du vase).

Placer ensuite le vase sur un bain de sable ou une plaque chauffante réglée à température modérée. Et évaporer à sec.

Reprendre ensuite par 5 ml d' HCl concentré, laisser réagir pendant 5 minutes puis ajouter 10 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dilué 1+1. Evaporer lentement à fumées blanches.

Reprendre par 15 ml de HCl concentré, porter à ébullition pendant 1 minute.

Diluer ensuite par environ 50 ml d'eau et chauffer à ébullition.

Transvaser quantitativement dans un ballon jaugé de 250 ml, ajouter quelques gouttes de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 60 ml de NH<sub>4</sub>Cl et NH<sub>4</sub>OH jusqu'à précipitation complète des hydroxydes et un excès d'environ 15 ml de NH<sub>4</sub>OH et de 10 ml de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

Laisser reposer jusqu'au lendemain.

Mettre au volume, homogénéiser puis faire une filtration partielle sur un filtre à plis sec dans du matériel sec.

A l'aide d'une pipette, prélever exactement 50 ml de la solution que l'on introduit dans un bécher de 600 ml, ajouter environ 250 ml d'eau, 4 gouttes de bleu de **bromothymol**, neutraliser à l'aide d'une solution diluée de HCl 1+1 jusqu'à la disparition de la coloration, puis ajouter 2 gouttes en excès.

Ajouter ensuite 20 ml de la solution tampon et 3 gouttes de solution de **xylénol-orange** et titrer avec la solution d'EDTA sous agitation magnétique jusqu'au virage au jaune pur.

### ➤ ETALONNAGE DE LA SOLUTION TITRANTE

On pèse exactement une quantité convenable de Zn pur (dans le cas des concentrés de zinc entre 0,75 et 0,80 g de Zinc).

La dissoudre dans un ballon jaugé de 250 ml à l'aide de 10 ml de HNO<sub>3</sub> concentré.

La teneur en fer du minerai est de l'ordre de 6%, ajouter 75 mg de Fe 3+. (Environ 2 ml de sel de mohl).

Diluer à environ 100 ml et continuer comme dans le mode opératoire ci –haut.

### \*Calcul du résultat

Soit

- ✓ **V** le volume de solution titrante utilisée pour le dosage.
- ✓ **Ve** le volume de solution titrante utilisée pour l'étalonnage.
- ✓ **P** le poids de la prise d'essai.
- ✓ **Pe** le poids de Zn pesé pour 1,25 g de l'étalonnage.

$$\% \text{ Zn} = \frac{VxPe \times 100}{PxVe}$$

Voici à titre d'exemple la comparaison entre les résultats potentiométrie, labo MTK, en 1970.

**Tableau 2. Comparaison entre les résultats potentiométrie, labo MTK, en 1970.**

Numéro	Potentiométrie en moyenne de 3 résultats	EDTA 1 Résultat	M.T.K
1	63,30	63,50	63,20
2	63,30	63,50	63,20
3	63,70	63,80	63,40
4	64,50	64,20	63,40
5	64,30	64,10	64,00
6	63,70	64,20	64,00
7	63,30	64,10	63,00
8	63,30	62,90	63,20
<b>Moyenne décade</b>	<b>63,67</b>	<b>63,78</b>	<b>63,42</b>

**Tableau 3. Résultats des analyses effectuées sur les lots d'expédition Zinc/STL**

[illegible]

## **CHAPITRE 3. TRAITEMENT DES EAUX**

Ce problème se pose de façon différente selon qu'il s'agisse d'alimenter en eau potable les cités modernes ou de fournir aux industries des eaux suffisamment pures tant pour rester sans effet sur le métal des chaudières et ne laisser qu'un dépôt peu abondant que pour ne diminuer en rien les qualités des produits fabriqués.

Enfin, il ne peut porter sur l'épuration d'eaux résiduelles, entraînant des produits toxiques ou d'eaux d'égouts chargées des matières putrescibles dont la décomposition à l'air libre risque de devenir une cause d'épidémie

### **3.1. EAUX D'ALIMENTATION**

Une eau potable doit être limpide, fraîche, aérée et peu chargée de sels minéraux (au maximum 0.50 g/l), et ne présenter à l'analyse bactériologique aucun germe pathogène.

L'eau de pluie conservée dans des citernes, parfaitement étanches et bien entretenue répond à cette définition. Généralement, une bonne source ne laisse pas après évaporation à sec un résidu de plus de 0.3g/l et son chemin souterrain l'a mis à l'abri des souillures dont elle peut d'ailleurs se charger après un long parcours à l'air libre.

Dès qu'il s'agit d'une eau de rivière à la quelle recourt la population d'une ville, à l'analyse chimique qui décèle les sels minéraux s'ajoute une analyse rigoureuse d'ordre bactériologique, et la filtration est suivie d'une stérilisation qui détruit les germes pathogènes.

#### **3.1.1. LA FILTRATION**

Cette opération peut être naturelle si le sol avoisinant le cours du fleuve est sablonneux : il suffit alors de placer les galeries dans l'épaisseur d'un banc alluvions de graviers ou de cailloux, que

les eaux traversent avant de se recueillir dans un collecteur alimentant les conduites de distribution.

Quand le lit du fleuve et ses abords ne s'y prêtent pas, on effectue une purification par filtration artificielle. L'eau est amenée dans de grands bassins de clarification ou décantation et y reste quelques jours avant de traverser des couches successives de gravier, de sable grossier et de sable fin, sur une épaisseur qui pour chacune, varie de 20 à 30 cm mais peut atteindre 70-80 cm.

En General, l'ensemble des dispositifs qui font suite au bassin de décantation comprend les dégrossisseurs (ou préfiltres) qui permettent de n'envoyer sur les filtres proprement dits que des eaux déjà clarifiées.

### **3.1.2. EPURATION PAR LES RAYONS ULTRA VIOLETS**

Les rayons bactéricides doivent avoir une longueur d'onde voisine de 2800 *angström*. Aussi utilise-t-on des lampes en quartz à vapeurs de mercure dont le spectre ultra-violet va de 3650Å à 2225Å qu'on alimente en courant continu.

NB. L'eau à stériliser doit être filtrée au préalable avec soin car le moindre trouble, dû notamment à des substances riches en colloïdes absorbe le rayon qui reste en action sensible.

### **3.1.3. EPURATION PAR L'AIR OZONE**

Les procédés différents à la fois par les appareils producteurs de l'ozone et par les dispositifs adoptés pour la mise au contact de l'eau à purifier.

L'ozone est préparé au départ d'air atmosphérique parfaitement desséché par passage sur du  $\text{CaCl}_2$ .

A l'actif de la méthode de stérilisation par l' $\text{O}_3$ , on doit porter cette particularité : quand l'eau à traiter arrive sous pression à l'usine, on peut utiliser une partie de son énergie à la production du courant consommé par les ozoneurs.

L'air sortant de ceux-ci doit tenir de 2-3mg/l d'ozone.

### **3.1.4. STERILISATION PAR LE CHLORE**

L'action antiseptique du chlore dans l'eau comprend 3 variantes :

*Chloration, javellisation, verdunisation.*

Certaines eaux de rivières ont un mauvais goût que le traitement au Chlore accentue. Pour les combattre on peut recourir à l'une de ces méthodes :

- Emploie de fortes doses de Chlore (1-2 mg/l) puis addition de thiosulfate.
- Addition de permanganate (surtout si l'eau contient des phénols)
- Filtration sur couche de charbon actif.



a) Chloration

Cette méthode consiste simplement en une dissolution de gaz  $\text{Cl}_2$  dans une quantité d'eau déterminée qu'on étend ensuite dans de l'eau à consommer de façon à obtenir une teneur finale de 1 mg/l.

b) Javellisation

On emploie actuellement l'hypochlorite sodique additionne d'eau. La dose moyenne correspond à 0.2 mg/l. On a reproché à la javellisation de détruire certains germes saprophytes et certains protozoaires qui s'attaquent par phagocytose au bacille typhique.

c) Verdunisation

On a remarqué que pour la destruction du cobacille plus résistant à l'action des antiseptiques, on peut abaisser la teneur au litre de 0.05 mg à 0.02 mg. C'est la méthode dite verdunisation ou auto-javellisation imperceptible (l'addition d'une goutte de javela 12 ° suivi d'un brassage brusque, suffit à supprimer les germes d' 1 litre d'eau.

Analyse d'une eau d'alimentation

On détermine : la couleur propre, la transparence , l'odeur ,la saveur (fraiche, terreuse, fade...), le résidu fixe ( à  $110^0$ ), le résidu calcine, la dureté totale, la dureté carbonatée, la dureté non carbonatée, la conductibilité, les teneurs en cations(Na, K, Ca, Mg...),en anions( $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3\text{H}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  ),matières organique et en gaz dissouts ( $\text{O}_2$ ,  $\text{CO}_2$ ).

Une eau est potable si elle ne laisse pas un résidu sec de poids supérieur à 500 mg/l et sa dureté doit être inférieure à 35 et a un pH compris entre 6-8.

Tableau 4. Classement des eaux

<b>CLASSIFICATION DE L'EAU</b>				
	<i>pure</i>	<i>potable</i>	<i>suspecte</i>	<i>mauvaise</i>
<b>Chlore (mg/l)</b>	<b>&lt; 15</b>	<b>&lt; 40</b>	<b>50-100</b>	<b>&gt; 100</b>
<b>Anhydride sulfurique (mg/l)</b>	<b>2-5</b>	<b>5-20</b>	<b>&gt; 30</b>	<b>&gt; 50</b>
<b>Matières organiques (mg d'O<sub>2</sub> absorbe par litre)</b>	<b>&lt;1</b>	<b>&lt; 2</b>	<b>3-4</b>	<b>&gt; 4</b>
<b>Matières organiques et produits volatils (mg/l)</b>	<b>&lt; 15</b>	<b>&lt; 40</b>	<b>40-70</b>	<b>&gt; 100</b>
<b>Degré hydrotimétrique total</b>	<b>5-10</b>	<b>15-20</b>	<b>&gt; 30</b>	<b>&gt; 100</b>

<b>Degré hydrotimétrique après ébullition</b>	<b>2-5</b>	<b>5-12</b>	<b>12-18</b>	<b>&gt; 20</b>
---	------------	-------------	--------------	----------------

### 3.2. EAUX POUR LES GENERATEURS DE VAPEURS

Dureté totale : 0 à 0,2 ° français

Alcalinité totale : 0 à 0.9 ° français

Cl<sup>-</sup> : 1.6 à 2.2 mg/l

O<sub>2</sub> : 0.35 à 0.5 Cm<sup>3</sup>/litre

pH : 6.5 à 8 à 20 °C

On est cependant pas toujours aussi exigeant et certaines centrales admettent les caractéristiques limites suivantes :

Dureté totale : 0 ° français

Alcalinité TA : 3-5 max (30 ° français)

TAC : 4-6 max ( 30 ° français)

PO<sub>4</sub> actif : 2à 3 ° français

Cl<sup>-</sup> :60 mg /Litre

Résidu sec : 300 mg

Ph à 20 ° :11-12

Pour les chaudières à 85 Kg/Cm<sup>2</sup> on doit utiliser des eaux très purifiées.

- Résistivité : supérieure à 1 Mégahom cm ce qui correspond à 0.7 mg/l
- 2 : inférieure à 0.011 cm<sup>3</sup>/litre
- Ph à 25° C : 8.2 à 8.8
- SiO<sub>2</sub> max 0.2 mg/litre

#### 3.2.1. EXAMEN CHIMIQUE DES EAUX

L'analyse chimique d'une eau quelqu'en soit l'usage comprend généralement les déterminations suivantes :

- DURETE TOTALE
- ALCALINITE (TAP et TAM)
- Teneur en Mg et Ca
- Dosage des sulfites et des chlorures

Très souvent on effectue les déterminations suivantes :

- ✓ Mesure de Ph

- ✓ Mesure de potentiel Redox et de Ph
- ✓ Dureté carbonatée (Temporaire)
- ✓ Dureté permanente
- ✓ Dosage de fer
- ✓ Dosage du Manganèse
- ✓ Dosage de la Silice
- ✓ Dosage du  $H_3PO_4$
- ✓ Résidu à l'évaporation et à la calcination.

Dans les eaux d'alimentation des chaudières on dose plus l'  $O_2$  dissout et la résistivité.

### **Généralités**

- DURETE : TH est le titre hydrotimétrique  
 Degré de Boutron et Boudet : 10.27 mg de  $CaCO_3$ /Litre  
 Degré Français : 10 mg  $CaCO_3$ / Litre d'eau.  
 Degré Allemand : 10 mg  $CaO$  / Litre d'eau  
 Degré Anglais : 14.32 mg  $CaCO_3$ / Litre d'eau  
 Degré Américain : 17.17 mg de  $CaCO_3$ / Litre d'eau.

**Tableau 5. Examen chimique des eaux**

	Français	Allemand	Anglais	Americain	Milieuquival
1 degré Français	1	0.56	0.70	0.585	0.2
1 degré Allemand	1.73	1	1.25	1.04	0.36
1 degré Anglais	1.43	0.80	1	0.83	0.285
1 degré Américain	1.72	0.96	1.2	1	0.34
1 milliéquivalent	5	2.8	3.5	2.9	1

- TA : Nombre de ml d'acide normale suffisante pour neutraliser les alcalins d'un litre d'eau quand on emploie le phénolphtaléine comme indicateur coloré
- TAC : méthyl orange comme indicateur

#### **3.2.1.1. DURETE DES EAUX**

La dureté est la propriété de requérir une quantité de savon supérieure à celle exigée par une eau distillée pour former, par agitation une mousse persistante.

Eau dure ; eau qui incruste à froid ou à chaud les récipients qui les contiennent.

Le Ca et Mg et à moindre degré le fer sont responsables.

La pseudo-dureté d'eau salée est causée par la teneur élevée en sels qui diminuent la solubilité des savons alcalins.

**Tableau 6. Dureté totale**

EAU	DURETE TOTALE EN DEGRE FRANCAIS
TRES DOUCE	<
DOUCE	3 à 15
DURE	15 à 30
TRES DURE	>30

#### DETERMINATION DE LA DURETE TOTALE

Il existe 3 Méthodes :

##### ❖ **METHODE AU SAVON**

*Principe* : Addition à l'eau d'une solution de savon type jusqu'à l'apparition d'une mousse persistante.

*Expression du résultat* :

La dureté totale s'exprime en degré français = 10 mg de  $\text{CaCO}_3/\text{l}$  = 0.2 milliéquivalent.

##### ❖ **METHODE AU PALMITITE**

Cette méthode emploie avantageusement la méthode au savon si l'on désire déterminer plus spécifiquement la teneur en Ca et en Mg en utilisant une solution de savon.

*Principe de la méthode* :

L'eau est débarrassée de  $\text{CO}_2$  libre et semi combiné puis ajustée au virage de la phénolphtaléine. Les sels de calcium et de magnésium sont précipités par une solution de palmitate de K. Le terme de cette précipitation est mis en évidence par la formation de KOH (indiqué par la phénolphtaléine) résultant de l'hydrolyse de l'excès de palmitate ajouté.

*Expression du Résultat* :

La dureté totale s'exprime en degré français

*Matériels*

Erlen Meyer de 300 ml

Burette graduée de 50ml

*Réactifs* :

- Solution aqueuse de méthyl orange à 1g/L
- Solution HCl 0.1N
- Eau de Brome
- Solution alcoolique de phénolphtaléine à 1g /l d'alcool à 94 °
- Solution de NaOH à 0.1 N
- Solution alcoolique de palmitate de potassium 0.1N : Dissoudre au bain-marie en agitant souvent 30 g de palmitate de potassium pur (quantité théorique : 29.4) dans 420 ml de glycérine

et de 400ml d'alcool éthylique 94 °. Après dissolution compléter à l'alcool éthylique 94°. Vérifier le titre de la solution avec le chlorure de Baryum 0.1N

Remarque : A froid un dépôt va apparaître. Pour dissoudre ce dépôt il suffit de chauffer légèrement le flacon bouché en l'agitant de temps à autre et laisser revenir la solution à la température de travail au laboratoire.

### Mode Opérateur

Introduire dans l'erenmeyer 100ml d'eau à analyser et 0.1 ml de solution de méthyl Orange  
Titrer avec la solution de HCl 0.1 N jusqu'au virage du jaune au jaune orange (Détermination de TAM)

Ajouter 1ml de solution HCl et une goutte Brome.

Faire bouillir pendant 10 min pour chasser le CO<sub>2</sub> et l'excès de Brome.

Refroidir rapidement

Ajouter 0.5 ml de la solution de phénolphthaléine puis la solution de NaOH 0.1N jusqu'à faible coloration rose.

Faire disparaître cette coloration en ajoutant une goutte de solution d'acide.

Titrer lentement au moyen de la solution de palmitate de K 0.1N en agitant après chaque agitation jusqu'à l'obtention d'une solution rose persistante qui doit disparaître par addition de 3gouttes de la solution d'acide.

Tout autre excès de la solution d'acide nécessaire à la décoloration est à défalquer du nombre de ml de la solution de palmitate de K utilisée.

### Détermination du Résultat :

La Dureté est obtenue par la formule  $n \times 5$

Dans laquelle :

$n$  = nombre de ml de solution de palmitate de K strictement nécessaire au virage

5 = le facteur de conversion en degré français

### **❖ DETERMINATION GLOBALE DES TENEURS EN Ca et en Mg au moyen D'UN COMPLEXANT. Cette méthode est conseillée parce que plus exacte et plus précise)**

#### Principe de la Méthode.

Le sel di sodique de l'acide éthylène diamine tétra acétique EDTA forme des complexes stables incolores avec les ions Ca et Mg.



L'indicateur utilisé est le Noir d'Eirochrome T qui à pH 10 forme des complexes colorés avec des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$ . Au terme du dosage, l'indicateur vire du rouge au bleu. Toute fois la présence d'ions Mg est indispensable car le complexe formé par les ions Ca est instable.

#### Expression des résultats

La Dureté est exprimée en degré français.

Matériels

Erlen de 250 ml

Pipette de 50 ml

Burette de 50ml

Réactifs

- Solution Tampon : Mélanger 67.5 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  à 570 ml d'ammoniac concentré ( $d=0.91$ ). Porter à un litre avec de l'eau distillée et homogénéiser
- Indicateur : Dissoudre 0.5 g de noir d'éirochrome T et 4.5 g de chlorhydrate d'hydroxylamine dans 100 ml d'alcool éthylique.
- Solution type de calcium : Dissoudre 1 g de  $\text{CaCO}_3$  chimique pur pour analyse dans 25 ml d' $\text{HCl}$  N et porter à 1 litre avec de l'eau désionisée.
- Solution du réactif : Dissoudre environ 4g de sel sodique de l'acide éthylène diamine tétra acétique complexant et 0.1 g de chlorure de Mg ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dans 570 à 800 ml d'eau distillée.

Etablir le titre de la solution de la façon suivante : Introduire dans un Erlen 25ml de la solution type de calcium, 1ml de la solution tampon et 4 gouttes d'indicateur.

Titre avec la solution de réactif. Diluer de façon à ce que 1ml corresponde à 1 mg de  $\text{CaCO}_3$ .

Titre à nouveau après dilution.

Mode opératoire

A l'aide de la pipette, introduire dans l'Ellen 50 ml d'eau à analyser.

Ajouter 1ml de solution tampon.

Mélanger puis ajouter 4gouttes d'indicateur.

Titre avec la solution de réactif.

Au terme de la réaction la couleur de la solution vire du rouge au bleu pur.

Détermination des résultats

La teneur en Ca et Mg en milliéquivalent est  $= \frac{2n}{5}$

En degré français  $= 2 \text{ nx}$

Dans ces formules, n =nombre de ml de la solution d'EDTA utilisée

**3.3. EAUX DESTINEES A L'INDUSTRIE**

Deux hypothèses sont à envisager suivant que l'eau entre dans une série de fabrication ou les sels et les matières organiques qu'elle retient pourraient jouer un rôle néfaste ou qu'elle se destine à l'alimentation des chaudières dont il convient de protéger les parois, les tubes et les robinets contre la corrosion et les incrustations.

Dans un grand nombre d'usines, le problème de l'eau se présente dans un double aspect et l'épuration chimique ou "adoucissement" est d'une absolue nécessité.

Elle entraîne d'ailleurs des frais d'installation élevés, des appareils automatiques comprenant des dispositifs jaugeurs, une chambre de réaction et une chambre de décantation pour l'élimination des boues.

### 3.3.1 LA DURETE DE L'EAU.

La dureté de l'eau varie avec sa teneur en sels de calcium ou de magnésie et en anhydre carbonique dissous. On la détermine en évaluant avec la burette de Boutron et Boudhet la quantité de solution alcoolique de savon que demande un volume connu (10,20,30 ou 40ml) pour donner une mousse fine et persistante (la solution de savon doit indiquer 22° pour 40 ml d'une liqueur de  $\text{CaCl}_2$  contenant au litre 0.55 gr a 2 molécules d'eau)

Un degré hydrotimétrique correspond à ces teneurs en mg/l

$\text{CaCO}_3$ 10.2	$\text{MgCO}_3$ 8.6
$\text{Ca}(\text{CO}_3\text{H})_2$ 16.2	$\text{Mg}(\text{COH})_2$ 14.9
$\text{CaSO}_4$ 14	$\text{MgSO}_4$ 12.3
$\text{CaCl}_2$ 11.4	$\text{MgCl}_2$ 9.8
$\text{CaO}$ 5.7	$\text{MgO}$ 4.1

- La dureté totale : Elle se rapporte à l'eau crue
- La dureté permanente se rapporte à l'eau maintenue à ébullition un temps suffisant pour précipitation totale des sels calciques, magnésiens et l'expulsion du  $\text{CO}_2$ . Elle est due aux sels restés en solution.
- La dureté temporaire : elle est la différence qui sépare la dureté totale de la dureté permanente ; elle est due aux bicarbonates alcalino-terreux que l'ébullition décompose.

*Un degré hydrotimétrique anglais correspond à 7.936 mg, un degré allemand à 10 mg de chaux/ litre.*

*Une analyse hydrotimétrique comprend les déterminations suivantes :*

*-Dureté totale **A**,*

*-Dureté après élimination de la chaux par l'oxalate d'ammonium **B***

*- Dureté après ébullition avec correction du 2°. Pour tenir compte du  $\text{CaCO}_3$  resté en solution **C**.*

*-Dureté après ébullition et traitement par l'oxalate **D***

**A** est déterminé par anhydride  $\text{CO}_2$ , le carbonate, le chlorure,  $\text{CaSO}_4$  ou  $\text{MgSO}_4$

**B** par l'anhydride  $\text{CO}_2$  et les sels de magnésium ;

**C** par les sels de Mg ou de calcium autres que les carbonates

**D** par les sels de Mg

Pour la dureté correspondante au gaz  $\text{CO}_2$ : **B-D**

Pour la dureté correspondante aux sels de Ca autres sels de Ca autres que les carbonates : **C-D**

Pour la dureté correspondante aux carbonates de Ca,  $(A+D) - (B+C)$ .

### Exemple

Une eau brute tenant, par exemple, en solution au  $\text{m}^3$ , 441 gr de sels, soit :

Bicarbonate de Ca 392 gr                      sulfate de Ca 28 gr

Bicarbonate de Mg 45 gr                      sulfate de Na 15 gr

Chlorure de Na 21 gr

Ainsi : pour dureté totale  $25^\circ$

Dureté temporaire  $23^\circ$  {Ca  $[\text{HCO}_3]_2$ }  $20^\circ$  et  $(\text{Mg}(\text{HCO}_3))$   $3^\circ$ .

Dureté permanente :  $2^\circ$ .

En pratique, on représente souvent : par TH le titre hydrotimétrique.

### Quelques exemples d'eaux utilisées :

**Teinture** : - eaux calcaires (à plus de  $20^\circ$ )

Eaux riches en matières organiques ou eaux ferrugineuses.

### **Blanchiment et blanchissage :**

- Eaux calcaires qui exigent une quantité excessive de savon et gênent l'action de chlorure des colorants.

-Eaux ferrugineuses qui tachent le tissu.

**Savonnerie** : eaux calcaires- eaux magnésiennes.

**Sucrerie** : - eaux alcalines – eaux ferrugineuses

- Eaux calcaires ou magnésiennes.

**Photographie** : - eaux chlorurées

- Eaux calcaires.



Dès qu'il s'agit des industries d'alimentations ; brasseries, cidreries, distilleries... on doit non seulement se préoccuper de sa composition chimique, mais encore soumettre à des rigoureuses analyses bactériologique l'eau proposée, qui ne peut être acceptée que si elle présente le caractère de toute eau potable.

### **Détermination du titre alcalin**

#### ***Principe de la méthode***

- La quantité des substances à réactions alcalines dissoutes dans une eau est déterminée par titration d'un acide fort jusqu'au virage d'un indicateur correspondant à un pH connu.

#### ***Expression***

Le titre alcalin à la phénolphthaléine (TAP) et le titre alcalin au méthyl orange (TAM) s'expriment en ml d'acide normal par litre d'eau, en milliéquivalent ou en degré français.

#### ***Matériels***

Erlen de 200 ml

Fiole jaugé ou pipette de 100 ml

#### ***Compte-gouttes***

Suivant les cas : Burette de 10 ml, 3 à 5 ml ou 50 ml graduée en 1/10 ml.

#### ***Réactifs***

Solution d'acide Chlorhydrique 0.1 N

Solution alcoolique de phénolphthaléine

### **3.4. EAUX D'ALIMENTATION DES CHAUDIERES**

On doit éviter surtout les eaux incrustantes c.-à-d. riches en calcaires ou magnésiens qui provoquent des dépôts solides et durs, mauvais conducteurs de la chaleur (d'où une dépense exagérée de combustibles), et les eaux corrosives telles que les eaux chargées soit d'  $\text{H}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , soit les chlorures de sel de fer qui attaquent peu à peu le métal de bouilleurs. Mais on ne saurait négliger les facteurs importants que sont les gaz dissous dans toutes les eaux de source ou de rivières. (Air et  $\text{CO}_2$ ).

Facilitée par la présence de certains sels, notamment les composés de magnésiums, la dissolution de l'air dans l'eau fournit une des causes essentielles de la corrosion et le dégazage doit tendre surtout au départ de l'oxygène car, seule, l'anhydride carbonique est de moindre importance. On tend actuellement à faire subir à l'eau une ébullition entre 100 et 104° sous la pression atmosphérique ou une légère surpression soit à basse température sous vide partielle,

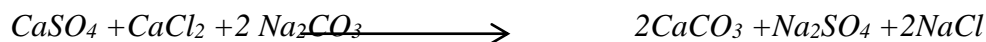
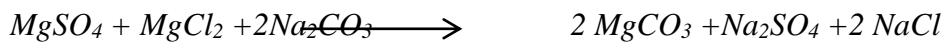
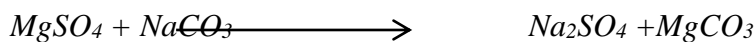
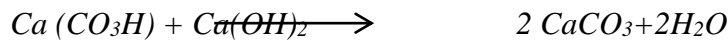
une addition de  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dans le circuit permettant de fixer les dernières traces de l'oxygène dissous.

Dans les chaufferies dont la faible capacité ne justifierait les frais d'installation d'un appareillage spécial, on procède souvent à une épuration en générateur par la simple addition de certains produits dont on attend qu'ils maintiennent les dépôts en suspension.

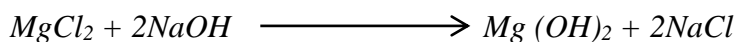
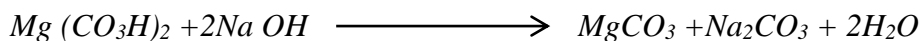
Le prix de revient d'un tel traitement est peu élevé mais il faut procéder à des purges fréquentes (purges discontinues).

Dès que l'importance de l'usine le permet, on doit prévoir un traitement préalable de l'eau, traitement qui tiendra à la production non pas d'une eau pure mais seulement d'une eau dont on a éliminé au plus bas prix possible les éléments nuisibles par une série de réactions dépendant avant tout de la nature des sels en dissolution mais aussi du métal des chaudières.

Pour des raisons d'économie, c'est à la chaux et au carbonate Solvay que l'on s'adresse pour éliminer les sels de calcium et de magnésium.

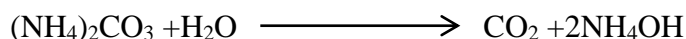
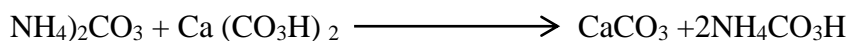
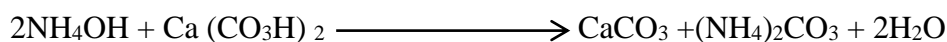


Si l'eau ne retient que les sels magnésiens, on substitue parfois la soude au carbonate.



Lorsque l'eau titre moins de 25° hydrotimétrique et que sa teneur en  $\text{CaSO}_4$  (sulfate calcique) est très faible, une addition d'eau ammoniacale est conseillée suivant ce processus :

Séparation de la majeure partie du carbonate dans le réchauffeur à plateau puis apport d'un peu d'eau alcaline à 100°



On retiendra encore parmi les produits souvent signalés comme désincrustant : Le silicate de Na, La baryte, Le Chlorure ou l'aluminate de Baryum mais l'élimination de la silice ne s'obtient qu'avec la magnésie hydratée.

### 1. Adoucissement par la chaux

C'est là un réactif de prix peu élevé, pour la décomposition des bicarbonates alcalino-terreux et on l'emploie en particulier quand l'eau doit par la suite être soumise à l'action d'un échangeur de bases.

On l'utilise sous forme d'un lait léger, étendu d'eau brute ou d'eau déjà adoucie. On abaisse la teneur réductrice à une valeur minimum qui dépend de la valeur de pH ou de la teneur en  $Mg^{++}$ .

### 2. Adoucissement par la chaux et le carbonate de Solvay

Il convient de rappeler que le  $CaCO_3$  et la magnésie ne sont pas totalement insolubles (Si l'on emploie la soude au lieu du sel de SOLVAY) : on ne saurait descendre au-dessous de 3<sup>0</sup> hydrotimétrique français.

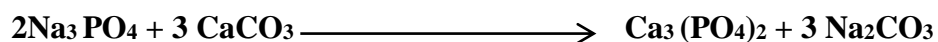
Quand les eaux sont très chargées en sels magnésiens on atteint seulement 6-7<sup>0</sup> à froid ; mais on arrive à 0.5<sup>0</sup> quand on opère à chaud avec un excès de carbonate.

### 3. Adoucissement par le sulfate de sodium

Le procédé à la chaux et à la soude Solvay ne peut être mis en œuvre au-delà d'une certaine valeur de la pression de marche de la chaudière, Il laisse en effet une eau chargée de carbonate, celle dont la dissociation est déjà fort avancée quand la pression atteint 12 kg, et la teneur en soude libéré peut provoquer les accidents les plus graves, en même temps que les incrustations silicatées ou sulfatées sont évitées.

L'emploi du phosphate tri sodique permet de remédier à de tels dangers.

On ne peut appliquer cette méthode qu'à une eau filtrée, le carbonate en suspension entraîne une dépense inutile de phosphate suivant la réaction :



### 4. Adoucissement par une matière d'échange.

On retient sous le nom de matières permutantes (échangeuses d'ions) des composés minéraux ou organiques, naturels ou artificiels, de structure ordonnée avec un réseau filiforme ou réticulaire spatiale mais agencée de telle manière que les fluides les traversent facilement.

Des groupes ionisés appartenant au réseau peuvent entrer en réaction d'échange avec les ions de la solution.

## **CONCLUSION**

Cette période de stage nous a été bénéfique et nous a permis de concilier la théorie à la pratique.

Nous nous sommes rendu compte que certaines notions que nous avons reçu dans les différents cours à la faculté ne sont pas des utopies mais des réalités.

Toute société doit avoir un laboratoire afin de contrôler la qualité de produits entrants et fabriqués par elle.

