FACULTÉ DES SCIENCES DHAR EL MAHRAZ
UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH

OCP

جامعة سيدي محمد بن عبد الله
Université Sidi Mohamed Ben Abdellah

Université Sidi Mohammed Ben Abdellah

Faculté des Sciences Dhar El Mahraz

Département de Chimie

Filière : Chimie Analytiques et Environnement (CAE)

Période de stage : 25/02/2025 au 24/06/2025

RAPPORT DE STAGE

Étude et Analyse du Rôle des Surfactants dans l'Industrie du Phosphate

Présenté Par :

SASSIOUI Ibrahim

Encadré par :

Tuteur Académique:

Pr. Issam JILAL

Pr. Idriss EL BAKALI

Encadré par :

Tuteur Professionnel :

Mr. ABDELOUAHHAB Mehdi Mr. MANAR Slimane

Soutenu le 5 juillet.2025 Devant le jury :

Nom & Prénom	Établissement	Qualité
Pr. Kamal MORADI	Faculté des Sciences Dhar El Mahraz – FSDM	Président
Pr. Abdelkrim OUAMMOU	Faculté des Sciences Dhar El Mahraz – FSDM	Examinateur
Pr. Idriss EL BAKALI	Faculté des Sciences Dhar El Mahraz – FSDM	Co-Encadrant
Pr. Issam JILAL	Faculté des Sciences Dhar El Mahraz – FSDM	Encadrant

Année universitaire 2024/2025

Remerciements

Il apparaît opportun de commencer ce rapport de stage par des remerciements à Dieu, mes parents et ma famille de m'avoir offert les bonnes conditions pour pouvoir continuer mes études, ceux qui m'ont beaucoup soutenu au cours de ce stage ainsi que ceux qui ont eu la gentillesse de le rendre très profitable.

Au terme de ce travail, je tiens à exprimer mes sincères remerciements à : Ces remerciements s'adressent tout d'abord à mon encadrants, **Pr. Issam JILAL et Pr. Idriss EL BAKALI**, qui, par ses remarques, ses conseils et ses critiques, a su mener à bien ce travail. Qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

La Direction du groupe OCP, pour l'intérêt qu'elle porte aux stagiaires, en leur accordant la possibilité de suivre des stages au sein de son entreprise **Mr. MANAR Slimane** le responsable du laboratoire recherche et développement universités Mohammad VI polytechniques d'OCP site de Safi d'avoir accepté de m'accueillir au sein de Direction Maroc Phosphore II SAFI. Il a mis à notre disposition tous les moyens nécessaires pour la réalisation de ce travail dans les bonnes conditions.

Ainsi que je voudrais exprimer mes chaleureux remerciements vont à **Mr. ABDELOUAHHAB Mehdi** pour son encadrement et ses conseils, et pour ses explications judicieuses. Il a supervisé la réalisation de ce modeste travail. C'est grâce à ses conseils généreusement prodigués que j'ai pu le mener à bien.

J'adresse également mes remerciements à Monsieur **Mr. ELOUALLADI Abderrahmane**,**Mr. ARROUR Samir et Mme. KHAROUBA Zahira** qui m'a beaucoup appris sur les analyses exécutées dans le laboratoire.

Mes remerciements et ma considération, les plus sincères, vont à tout le corps professoral de tous les Départements. Que mes honorables Professeurs trouvent ici l'expression de mon respect et ma reconnaissance, sans oublier de rendre grâce à la gentillesse et les efforts louables dont fait preuve le personnel de l'administration du département chimie afin d'instaurer un échange bénéfique entre les étudiants et les professeurs.

En fin, je voudrais adresser une pensée amicale à tous ceux qui ont participé de loin ou de près à la réalisation de ce travail, **MERCI A TOUS**.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mon père

Pour votre amour votre patience et votre générosité pour tous les efforts et sacrifices que vous Avez consentis en ma faveur. J'espère avoir été digne de votre affection et de votre confiance. Je vous dédie ce travaille en témoignage de ma grande reconnaissance et de mon éternel amour. Que Dieu vous donne longue vie et bonne santé

A ma mère Kaltoum et mes frères Ismail et Mohammed

A mes sœurs Fatima et Aïcha

A toutes ma famille et mes amies Mohammed, Hamza, Abdelhakim, Ayoub, Imad, Samir et Zakaria que j'aime et m'aiment Sincèrement

À toute la promotion de Master Chimie Analytique et Environnement 2023-2025

«Le sacrifice est le lien essentiel entre ambition et accomplissement. Chaque instant d'effort soutenu rapproche un peu plus du succès»

Résumé

L'étude a mis en évidence l'impact significatif des matières organiques et des carbonates contenus dans le minerai de phosphate sur la formation de mousse lors de la production d'acide phosphorique. Ce phénomène, s'il n'est pas maîtrisé, peut altérer la qualité du produit final et affecter l'efficacité des installations. Pour mieux comprendre et maîtriser ce problème, une analyse approfondie a été menée sur trois qualités de phosphate marocain **(G10, BG, PB),** en s'appuyant sur des tests expérimentaux rigoureux. Ces tests ont permis d'évaluer la capacité moussante de chaque qualité de phosphate et de mesurer l'efficacité de différents agents antimousse. L'étude s'est appuyée sur des méthodes précises comme les tests de moussage et les plans d'expériences pour analyser les paramètres influents. Les résultats obtenus offrent des pistes concrètes pour optimiser le processus industriel de fabrication de l'acide phosphorique, en limitant la formation de mousse et en prolongeant la durée de vie des équipements.

Mots clés : Production d'acide phosphorique, Qualités de phosphate marocain, formation de mousse, agents tensioactifs (surfactants), Agents antimousse, Plans d'expériences.

Abstract

The study highlighted the significant impact of organic matter and carbonates present in phosphate ore on foam formation during the production of phosphoric acid. This phenomenon, if not properly controlled, can alter the final product quality and reduce the efficiency of industrial equipment. To better understand and manage this issue, an in-depth analysis was conducted on three Moroccan phosphate grades (G10, BG, PB), supported by rigorous experimental tests. These tests evaluated the foaming capacity of each phosphate type and measured the effectiveness of various antifoaming agents. The study relied on precise methods such as foaming tests and experimental design to analyze the influencing parameters. The results provide concrete insights to optimize the industrial phosphoric acid production process by reducing foam formation and extending the lifespan of equipment.

key words : Production of phosphoric acid,Moroccan phosphate grades, Foam formation, Surfactants, Antifoaming agents, Experimental design

Liste des tableaux

Tableau 1 : Fiche technique du Groupe OCP……6

Tableau 2 : Historique du groupe OCP……..7

Tableau 3 : Les produits finis d'OCP ……9

Tableau 4 : Propriétés de l'acide phosphorique ……..……18

Tableau 5: Composition chimique moyenne du minerai de phosphate …….……27

Tableau 6: Liste des substances employées comme antimousses.……..…..32

Tableau 7 : les Facteurs expérimentaux ……..……45

Tableau 8 : Réponses mesurées …….……45

Tableau 9: Le plan d'expériences criblage avec les niveaux codés et leurs correspondances réelles……..45

Tableau10 : Le nom d'Antimousse ……...…47

Tableau 11: résultats des tests de moussage dans le cas du Phosphate PB ……...…51

Tableau 12: Estimations et statistiques des coefficients dans le cas du Phosphate PB ……51

Tableau 13 : résultats des tests de moussage dans le cas du Phosphate BG ……..…55

Tableau 14: Estimations et statistiques des coefficients dans le cas du Phosphate BG ……55

Tableau 15: résultats des tests de moussage dans le cas du Phosphate G10 ……..…58

Tableau 16: Estimations et statistiques des coefficients dans le cas du Phosphate G10 ……..59

Tableau 17: Les résultats des essais entrepris dans le cadre du plan factoriel …….……61

Tableau 18: Estimation et statistique de tous les effets plan factoriel……62

Tableau 19: La cinétique de moussage des différents types de phosphates mauvais (BAD)……67

Tableau 20: La cinétique de moussage des différents types des phosphates normale(NORM)……...69

Tableau 21:Tests des antimousses condition normal dose 0.1g……..……72

Tableau 22 : Tests des antimousses condition normal dose 0.3g……...73

Tableau 23 : Tests des antimousses condition normal dose 0.5g……75

Tableau 24 : Tests des antimousses condition mauvaise (BAD) dose 0.1g…….……...……..77

Tableau 25 : Tests des antimousses condition mauvaise dose 0.3g……..……79

Tableau 26: Tests antimousses dose 0.5g mauvaise (BAD)……..……80

Liste des figures

Figure 1: Carte des principaux sites d'implantation d'OCP au Maroc……6

Figure 2: Date clés du groupe OCP……..……..7

Figure 3: Situation géographique d'ocp SAFI……..……10

Figure 5: Laboratoire de recherche et développement de l'Université Mohammed VI Polytechnique à OCP SAFI……12

Figure 6: Procédé de production d'acide sulfurique……..16

Figure 7: Four de combustion……..……16

Figure 8: la conversion……..……..17

Figure 10: l'absorption……..……..17

Figure 11: procédé de fabrication d'acide phosphorique……19

Figure 12: Le Broyage de phosphate……...……..20

Figure 13: Le Broyage de phosphate……20

Figure 14: cuve d'attaque……..…21

Figure 15: La filtration d'acide Phosphorique……22

Figure 16: Fonctionnement de filter……..23

Figure 17: Schéma d'un échelon de concentration……..……24

Figure 18: Mécanisme de démouillage créé par le « pontage » des gouttelettes antimousse……..…33

Figure 19: Mécanisme d'étirement créé par le « pontage » des gouttelettes d'antimousse……..33

Figure 20: Mécanisme d'entraînement de fluide créé par la propagation de gouttelettes d'antimousse……34

Figure 21: Les images du haut montrent une coalescence et les images du bas montrent un grossissement……..35

Figure 22: Orientation polaire des molécules de tensioactif……..……37

Figure 23: Méthode de Ross-Miles……39

Figure 24: Méthode dynamique de Bikerman……..…40

Figure 25: Test de moussage……..42

Figure 26: phosphate G10……..……43

Figure 27: phosphate BG……..……..43

Figure 28: phosphate PB……43

Figure 29: Broyeur à mortier……..43

Figure 30: Mortier et un pilon……..43

Figure 31: Tamiseuse……43

Figure 32: Acide sulfurique 98%.....44

Figure 33: L'acide préparé H2SO4 65%.....44

Figure 34: Acide phosphorique (AR)……..44

Figure 35: L'acide préparé H3PO4 d=1.16……44

Figure 36: Les antimousses d'application……..……..47

Figure 37: Effets pareto individuels et cumulés cas phosphate PB……51

Figure 38: Delta poids entre les niveaux et effets totaux cas phosphate PB……..51

Figure 39: Effets pareto individuels et cumulés cas phosphate BG……..…56

Figure 40: Delta poids entre les niveaux et effets totaux cas phosphate BG……..56

Figure 41: Effets pareto individuels et cumulés cas phosphate G10……..59

Figure 42: Delta poids entre les niveaux et effets totaux cas phosphate G10……60

Figure 43: Etude graphique des effets plan factoriel……..62

Figure 44: Etude graphique de l'interaction des phosphate/AR……..……63

Figure 45: Etude graphique de l'interaction phosphate/H2SO4……63

Figure 46: Etude graphique de l'interaction AR/H2SO4……..64

Figure 47: Cinétique de moussage en condition mauvais (BAD)……..……68

Figure 48: Cinétique de moussage en condition normal (NORM)……70

Figure 49: Les courbes des tests antimousses dose 0.1g condition normal……73

Figure 50: Les courbes des tests antimousse dose 0.3g condition normal (NORM)……..……74

Figure 51: Les courbes des tests antimousse dose 0.5g condition normal (NORM)……76

Figure 52: Les courbes des tests antimousses dose 0.1g mauvais (BAD)……..……78

Figure 53: Les courbes des tests antimousses dose 0.3g mauvais (BAD)……..…80

Figure 54: Les courbes des tests antimousses dose 0.5g mauvaise (BAD)……82

Liste des abréviations

OCP : Office Chérifien des Phosphates

CIS : Complexe Industriel de Safi

CAP : Concentration d'Acide Phosphorique

ACP : Acide Phosphorique

UM6P : Université Mohammed 6 Polytechnique

ASTM : American Society for Testing and Materials

PB : Le phosphate site Boucraa

BG : Le phosphate site BenGuérir

G10 : Le phosphate site Youssoufia

Rpm : Rotation par minute

Sommaire

Introduction Générale……..3

Chapitre 1 : Présentation de l'entreprise d'accueil…….....4

I. Aperçu général du groupe OCP :……..5
1. Introduction :……...……5
2. Historique du groupe :……....6
3. Activités du groupe OCP :……..……8
4. Les produits finis du groupe OCP site de Safi :……..……8
II. Présentation du pôle chimie de Safi :……..…..9
1. Introduction :……...9
2. Situation géographique :……..…10
3. Les usines et les infrastructures du site industriel de Safi :……...11
4. Laboratoire de recherche et développement de l'Université Mohammed VI Polytechnique à OCP SAFI :…….....12

Chapitre 2 : Fabrication d'acide phosphorique :……..……14

I. Fabrication industrielle de l'acide sulfurique :…….……..15
1. Introduction :…….……15
2. Procédé de production d'acide sulfurique :……15
II. Fabrication d'acide phosphorique :……..18
1. Définitions :……...……....18
2. Propriétés de l'acide phosphorique :……..……18
3. Utilisation :……18
4. Différents types de procédés de fabrication :……18
Conclusion :……..……24

Chapitre 3 : Traitement de sujet : *Étude bibliographique et Analyse du Rôle des Surfactants dans l'Industrie du Phosphate*……25

I. Étude bibliographique :……...26
1. Problématique :……26
2. Objectifs :……..26
3. La définition de la mousse :……26
4. Les types des mousses :……26
5. Composition et propriétés du phosphate :……27
6. L'influence de la qualité du phosphate sur la formation de la mousse :……27
7. Mécanismes de formation de mousse dans la phase phosphorique :……..…28
8. Les Problèmes concernant la formation de la mousse :……....28
9. Les moyens d'élimination d'une mousse :……..…29
9.1. Les moyens mécaniques :……...29
9.2. Les moyens thermiques :……...……...29
9.3. Les moyens chimiques :……29

10. Agents de contrôle de la mousse :……31
11. Agents tensioactifs :……36
11.1. Types de tensioactifs et comportement en solution :……37
11.2. Pression de diffusion et concentration micellaire critique (CMC) :……37
12. Méthodes d'étude des mousses :……38
12.1. Méthode de Ross-Miles :……38
12.2. Méthode de Bikerman :……39
13. Les plans d'expériences :……40
13.1. Applications des plans d'expériences :……40
13.2. Les principaux types de plans d'expériences :……41
Conclusion :……41

II. Étude expérimentale :……42
1. Objectif :……42
2. Test de moussage :……42
3. Matériels et méthodes : Matériels :……43
4. Méthodologie des plans d'expériences :……45
5. Schémas des modes opératoires des essais :……46
6. Cinétique de moussage : ……47
7. Application des antimousses :……47
III. Résultats et discussions :……49
1. Plan de Criblage des paramètres :……49
1.1. Le cas phosphate PB :……49
1.2. Le cas de Phosphate BG:……52
1.3. Cas Phosphate G10 :……57
Conclusion :……60

2. Plan factorial G10 :……61
2.1. Interprétation du plan factoriel pour le phosphate G10 :……64
a. Qualité du modèle statistique :……64
b. Équation du modèle en notation codée :……65
c. Analyse des effets :……65
Conclusion :……66

3. Cinétique de moussage : ……67
3.1. Le cas mauvaise (BAD) :……67
3.2. Le cas normale (NORM) :……69
3.3. Comparaison avec conditions : ……71
Conclusion :……71

4. Application des antimousses :……72
4.1. La condition normal (NORM): ……72
4.2. La condition mauvaise (BAD) : ……77
Conclusion : ……82

Conclusion générale :……84

Référence bibliographique :……85

Introduction Générale

Ayant suivi une formation en **Master Chimie Analytique et l'Environnement (MCAE)** , j'ai eu l'opportunité d'effectuer mon stage de fin d'études au sein du laboratoire de recherche et développement (R&D) de l'Office Chérifien des Phosphates (OCP) sur le site de Safi, Reconnu comme l'un des pôles les plus actifs et rentables du groupe OCP, ce site abrite un laboratoire R&D offrant aux étudiants en Sciences, de la Qualité et de chercheur une expérience pratiquent inestimable dans un domaine à la pointe de l'innovation.

Mon stage s'est concentré sur un sujet d'une importance capitale pour l'industrie du phosphate : l'étude de l'effet de la qualité du phosphate sur la formation de mousse pendant le processus de fabrication d'acide phosphorique. Ce phénomène complexe, s'il n'est pas maîtrisé, peut influencer négativement la qualité et l'efficacité de la production. C'est pourquoi il est crucial de comprendre les facteurs qui influencent la formation de mousse afin de l'optimiser.

Au cours de ce stage, j'ai eu l'opportunité de m'impliquer pleinement dans ce projet de recherche. J'ai participé à la revue bibliographique approfondie sur le sujet, me permettant de cerner les enjeux et les connaissances actuelles dans ce domaine. J'ai également été formé aux techniques expérimentales nécessaires à la réalisation de l'étude, développant ainsi mes compétences en méthode de recherche et en analyse de données.

Mon travail a consisté à étudier l'aptitude au moussage et démoussage de phosphate. J'ai mis en place un protocole expérimental rigoureux par des plans d'expériences, collecté et analysé des données expérimentales, et tiré des conclusions importantes sur l'influence de la qualité du phosphate sur la formation de mousse et test des surfactants comme des antimousse pour optimiser le mieux antimousse.

Ce rapport présente les travaux effectués dans le cadre de mon stage, en mettant l'accent sur l'étude de l'aptitude au moussage de différentes qualités de phosphate. Il vise à partager les connaissances acquises et les résultats obtenus, tout en contribuant à la compréhension du phénomène de mousse dans le processus de fabrication d'acide phosphorique.

J'ai été honoré de contribuer à ce projet de recherche d'une grande importance pour l'industrie du phosphate et je remercie l'OCP pour l'opportunité qui m'a été offerte.

Chapitre 1 : Présentation de l'entreprise d'accueil

Groupe Office Chérifien des Phosphates (OCP)

Introduction :

Dans ce premier chapitre, nous entamons notre exploration en présentant le groupe OCP, Nous mettrons en lumière son histoire, Ensuite, nous nous focaliserons sur le complexe industriel de Safi, l'un des pôles stratégiques de production du groupe OCP, décrivant son emplacement géographique, sa taille et son rôle dans la chaîne de valeur du phosphate. Enfin, nous aborderons le lieu de mon stage, à savoir laboratoires de Recherche et Développement (R&D) de l'Université Mohammed VI Polytechnique (UM6P), situés au sein du Groupe OCP à Safi. Cette introduction nous permettra d'établir le contexte nécessaire pour la compréhension des activités et des enjeux abordés dans la suite de ce rapport.

I. Aperçu général du groupe OCP :

1. Introduction :

L'OCP opère dans l'extraction minière, la transformation chimique et la commercialisation des phosphates, qui sont des minéraux essentiels pour l'agriculture et l'industrie. Le Maroc possède d'importantes réserves de phosphates, ce qui a permis à l'OCP de devenir un acteur clé dans ce secteur.

Office Chérifien des Phosphates opère dans le domaine de l'industrie du phosphate et des produits dérivés. En effet, le phosphate est une matière naturelle qui est principalement utilisée dans la fabrication des engrais, 85% du phosphate extrait dans le monde sont destinés à la production de fertilisants, les autres 15% sont plutôt dirigés vers les usages techniques (alimentation animale, détergence, traitement de surface, conservation des aliments, pharmacie…).

Le Groupe OCP est présent dans cinq zones géographiques du pays : 3 sites d'exploitation minière (Khouribga, Ben guérir/Youssoufia, Boucrâa/Laâyoune) et 2 sites de transformation chimique : Safi et Jorf-Lasfar. Il constitue un vecteur de développement régional et national important. Sa contribution dans le PIB est en fait de 2 à 3% et dans les exportations marocaines en valeur de 15% à 18%. Entreprise ouverte sur son environnement, le Groupe OCP encourage de développer plusieurs actions citoyennes, soit directement, soit à travers des organisations spécialisées. Convaincu de l'importance de la qualité des compétences Humaines dans la réalisation des objectifs visés, le Groupe OCP pratique, depuis des décennies, un système de perfectionnement interne dédié à l'ensemble de son personnel.

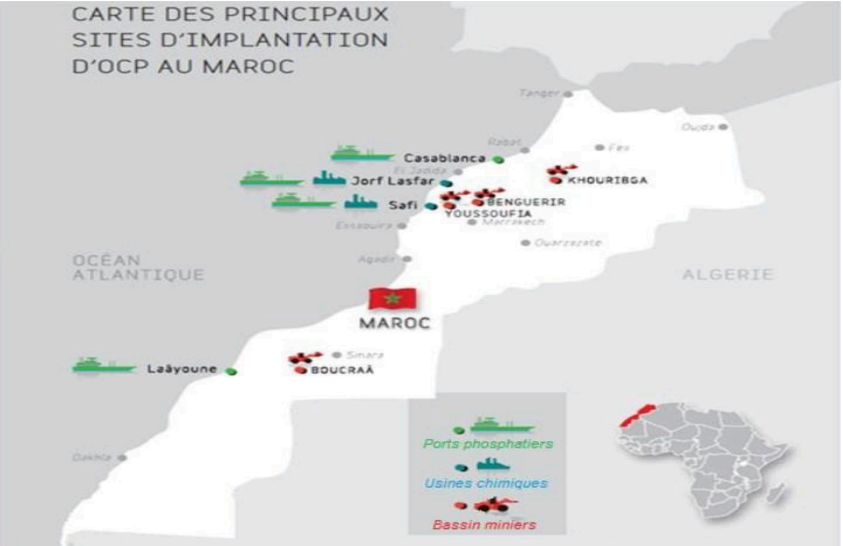


Figure 1 : Carte des principaux sites d'implantation d'OCP au Maroc.

Tableau 1 : Fiche technique du Groupe OCP

Office Chérifien des Phosphates	
Date de création	Le 7 Aout 1920
Activités	Extraction du phosphate et valorisation enproduit dérivés
Réserves de phosphate	58 milliards de tonnes
Production marchandes de phosphate	83 milliards de tonnes
Chiffre d'affaires de l'export	2 milliards de dollars
Ports d'embarquement	Casa, Safi, Jorf Lasfar, Laayoune
Sites d'extraction	Ben Guérir, Youssoufia, Laayoune
Sites de Valorisation en produits dérives commercialisables	Safi, Jorf Lasfar

2. Historique du groupe :

Partant du jour de sa création jusqu'à présent, plusieurs événements ont marqué son parcours, qui reflètent son progrès et son développement pour l'achèvement de sa vision d'affirmer son leadership mondial dans l'industrie d'extraction et dans la valorisation du phosphate et ses dérivés en respectant les responsabilités sociales et environnementales. Son évolution au cours du temps est illustrée ci-dessous :

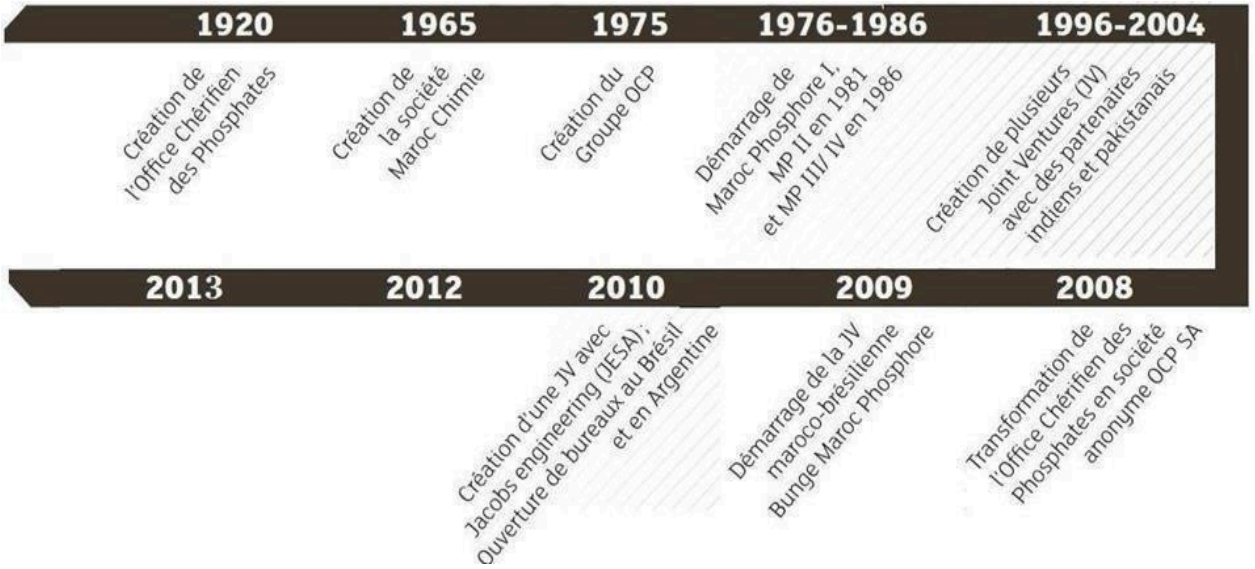


Figure 2 : Date clés du groupe OCP

Tableau 2 : Historique du groupe OCP

Année	Evénement
7 Août 1920	**Création de l'office chérifien de phosphate**
1921	**Début d'exploitation dans la région d'OUED ZEM.**
23 Juillet 1921	**Première exportation de phosphate**
1930	**Ouverture d'un nouveau centre de production de phosphate : Youssoufia**
1950-1952	**Mise en œuvre de la méthode d'extraction en découverte à Khouribga.**
1958	**Création d'un centre de formation professionnelle à Khouribga, en renforçant des efforts menés, depuis des décennies sur ce plan ; puis, création par la suite d'autre unités de formation : école de maîtrise de Boujniba**
1960-1965	**Développement de la mécanisation du souterrain à Youssoufia.** **Démarrage de Maroc chimie à Safi.**
1970-1975	**Création du groupe OCP, structure organisationnelle Intégrant l'OCP et ces entreprises filiales**
1980	**Partenariat industriel en Belgique**
1986	**Démarrage du site de Jorf Lasfar avec Maroc phosphore III –IV.**
1990	**Exploration des nouveaux projets de partenariat industriels et de renforcement de capacités.**

2000	**Démarrage unité de flottation de phosphate à khouribga.**
2002	**Prise de participation dans la société indienne PPL en joint-venture avec le Groupe Birla.**
2003	**L'OCP est devenu le seul actionnaire de Phousboucraâ**
2004	**Création de la Société "Pakistan Maroc Phosphore" S.A en Joint-venture entre l'OCP et Fauji Fertilizer Bin Qasim Limited (Pakistan).**
2008	**Transformation du groupe OCP en SA (société anonyme).**
le 18 mars 2009	**Démarrage de l'exploitation de Bunge Maroc Phosphore (BMP)**
juin 2010	**Mise en service de la laverie de merah lahrach au niveau de la communeM'fassis.**
Décembre2010	**Lancement du projet slurry pipeline reliant khouribga à Jorf Lasfar s'étendrasur une langueur totale de 235 Km et transportera 38 Mt/an.**

3. Activités du groupe OCP :

Le groupe office chérifien des phosphates (OCP) est opérateur international dans le domaine du phosphate et des produits dérivés. Le groupe est présent dans cinq zones géographiques du pays trois sites d'exploitation minière Khouribga, Benguérir, (Youssoufia), Boucrâa (Laâyoune) Et deux sites de transformation chimique : Safi et Jorf Lasfar

Le groupe OCP extraite le phosphate brut du sous- sol marocain au moyen de chantiers à ciel ouvert ou des mines souterraines. Le minerai est ensuite épierré et criblé, et parfois lavé, avant d'être séché, et ceux selon l'usage auquel il est destiné.

Le minerai traité est exporté tel que ou livré aux industries chimiques de Jorf Lasfar ou de Safi pour être transformé en produits dérivés commercialisable et à forte valeur ajouté par rapport au phosphate brut, on site : l'acide phosphorique de base, l'acide phosphorique purifié et les engrais solides.

4. Les produits finis du groupe OCP site de Safi :

Le Maroc possède 75% de réserves mondiales de phosphates et en exploitant cette ressource naturelle, L'OCP offre une large gamme de produits

Tableau 3 : Les produits finis d'OCP

Produits commercialisés	Qualité de l'acide Phosphorique	Phosphorique additifs alimentaires pour animaux
- Phosphates - Acide Phosphorique Marchand (H3 PO4). - Acide phosphorique Purifié (APP). - Triple Super Phosphate (TSP).	- BG-NORMAL - TESSENDERL - TORTUGA - BUNGE	- Phosphate. - Monocalcique Phosphate (MCP). - Dicalcique (DCP).

II. Présentation du pôle chimie de Safi :

1. Introduction :

Complexe Industriel de Safi (CIS) est l'un des plus grandes plates-formes de fabrication d'acide

phosphorique par la valorisation des phosphates minéraux à l'échelle mondiale. C'est une société anonyme, filiale du groupe OCP.

2. Situation géographique :

Situé sur la côte atlantique du Maroc, OCP Safi est stratégiquement implanté dans la province de Safi, à environ 150 kilomètres au sud-ouest de la ville de Marrakech. Cette localisation privilégiée offre un accès facile aux principales voies de transport, notamment les routes et les voies maritimes, facilitant ainsi l'importation des matières premières et l'exportation des produits finis. La région de Safi est également réputée pour ses importantes réserves de phosphates, ce qui en fait un emplacement stratégique pour les activités minières et de production de l'entreprise.

Le complexe industriel chimique de Safi est situé à 11 Km du centre-ville, sur la route côtière d'Essaouira :

Figure 3 : Situation géographique d'ocp SAFI

3. Les usines et les infrastructures du site industriel de Safi :

❖ Maroc chimie : Cette usine a démarré le 15 juin 1965. Maroc chimie a servi comme foyerde formation dans lequel une partie du personnel de conduite et d'encadrement a été nécessaire aux autres usines puisées, elle se compose principalement de trois ateliers qui produisent l'acide phosphorique et d'engrais :

- Deux ateliers sulfuriques
- Deux ateliers phosphoriques
- Une centrale thermique
- Deux unités d'engrais

❖ Maroc phosphore 1 : Cette usine a démarré en 1976, Cette division assure la production d'acide phosphorique destiné essentiellement à l'exportation et un engrais MAP (phosphate mono ammoniac) dont une partie est écoulée sur le marché national. Elle comprend quatre ateliers de production :

- Atelier fusion de soufre solide
- Atelier sulfurique
- Atelier phosphorique
- Atelier d'engrais

❖ Maroc phosphore 2 : Cette division a démarré en 1981, Cette entité a pour rôle de valoriser le phosphate humide provenant de Ben guérir, pour cela, elle dispose d'une laverie de phosphate ; de deux ateliers : Sulfurique et phosphorique ainsi que d'une centrale électrique avec les services annexes (traitement del'eau douce et pompage d'eau de mer).

❖ Division maintenance centralisée de Safi : Son but est la maintenance et l'entretien des installations de production ainsi que la logistique et gestion des stocks.

❖ Division Administrative de Safi : Comprenant tous les services fonctionnels ayant pour objet de soutenir les servicesopérationnels en matière de disponibilité de l'information.

❖ Division infrastructure de Safi : Cette division est située au niveau du port, et a pour activité le déchargement des matières premières et le chargement de phosphate et ses dérivés destinés à l'exportation.

4. Laboratoire de recherche et développement de l'Université Mohammed VI Polytechnique à OCP SAFI :

Mon stage s'est déroulé au sein du laboratoire de Recherche et Développement (R&D) de l'Université Mohammed VI Polytechnique (UM6P), en partenariat avec le Groupe OCP sur le site de Safi. Cette collaboration entre l'UM6P et l'OCP représente une synergie remarquable entre l'académie et l'industrie, favorisant l'innovation et la recherche de solutions technologiques avancées. Travailler dans ce laboratoire m'a permis de bénéficier de l'expertise conjointe de ces deux institutions de premier plan, tout en contribuant à des projets de recherche stratégiques pour le secteur.

Figure 5: Laboratoire de recherche et développement de l'Université Mohammed VI Polytechnique à OCP SAFI

Le Département Recherche et Développement de l'UM6P est engagé dans une quête continue d'amélioration, couvrant une large gamme de domaines stratégiques pour le Groupe. Ces domaines comprennent l'extraction, les matériaux et la corrosion, le traitement des roches, la valorisation des sous-produits, la production d'acides phosphorique et sulfurique, la transformation, ainsi que la

fabrication d'engrais et de fertilisants. Le département est composé d'une équipe d'experts comprenant des ingénieurs, des docteurs et des techniciens supérieurs, tous engagés à contribuer à la diversification du groupe et à renforcer sa compétitivité.

- La Direction Recherche et Développement comprend plusieurs entités :
- Département d'Analyse et Assurance Qualité ;
- Procédés et Technologies de Séparation ;
- Matériaux et Corrosion ;
- Minéralurgie et Traitement des Phosphates ;
- Engrais & Fertilisation ;
- Eau, Environnement, Énergie ;
- Modélisation & Simulation ;
- Recherche Documentaire, Veille Scientifique & Technologique ;
- Acide Phosphorique et Procédés

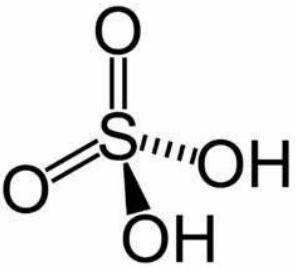
Chapitre 2 : Fabrication d'acide phosphorique

Introduction : Le chapitre 2 s'aventure dans le monde de la production d'acide phosphorique, un composé chimique d'une importance capitale pour l'industrie et l'agriculture. En s'appuyant sur les connaissances acquises dans le chapitre 1, ce chapitre s'engage à dévoiler les étapes clés de la fabrication d'acide phosphorique, un processus complexe et captivant.

I. Fabrication industrielle de l'acide sulfurique :

1. Introduction :

L'acide sulfurique de formule $\mathbf{H_2SO_4}$ est un produit industriel de première importance, qui trouve de très nombreuses applications dans les industries chimiques, sa préparation peut être considérée comme l'industrie de base de la chimie minérale.



- Utilisation

Les applications de l'acide sulfurique dans l'industrie sont nombreuses et diverses car le soufre intervient dans de nombreuses fabrications. Comme domaines, on peut citer :

- Production de l'acide phosphorique ;
- Les engrais minéraux (superphosphate) ;
- La préparation des métaux ;
- Le raffinage du pétrole ;

L'acide sulfurique est vraiment l'acide le plus utilisé. Il est employé comme solvant, comme déshydratant, comme catalyseur, comme absorbant et bien sûr comme réactif. Il est utilisé en concentration diluée à fumante, le choix dépendant des applications. Il est souvent récupéré et réutilisé.

2. Procédé de production d'acide sulfurique :

L'acide sulfurique est fabriqué en partant du soufre comme matière première. Les principales phases du procédé consistent d'abord à :

- Brûler le soufre pour former de l'anhydride sulfureux SO_2.
- Combiner de l'anhydride sulfurique SO_3.
- Combiner l'anhydride sulfurique à de l'eau H_2O pour former une solution contenante 98- 99% d'acide sulfurique H2SO4**.**

Ces réactions sont exothermiques, ce qui nécessite un circuit énergétique pour ramener les températures à des valeurs maximisant les rendements des transformations précédentes et permettant la production de vapeur.

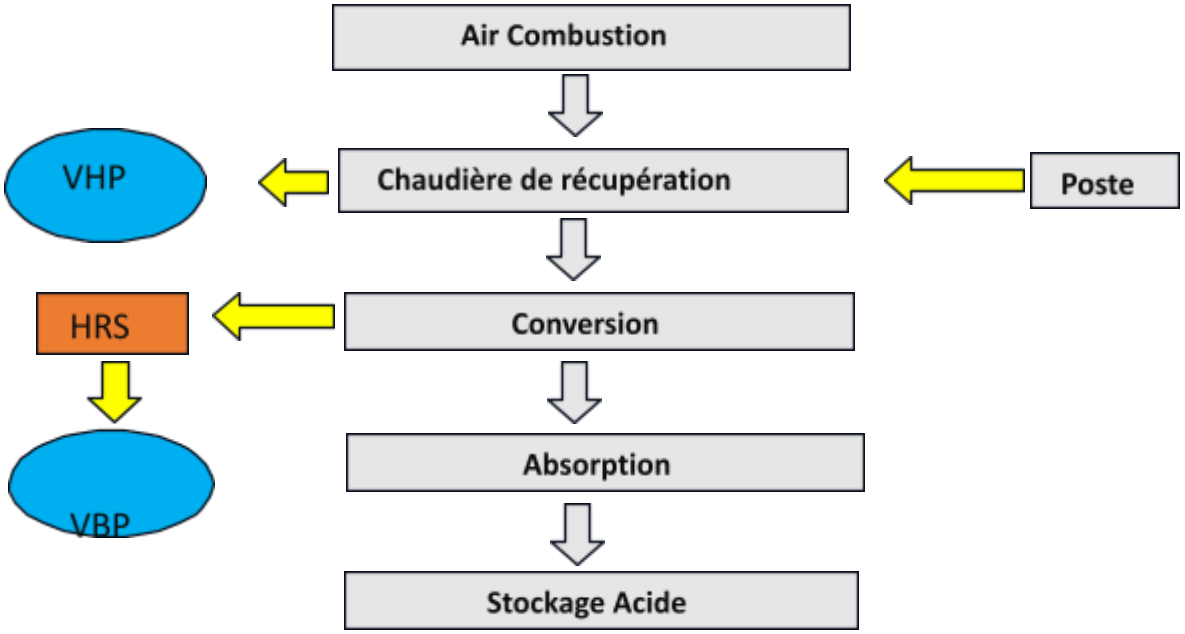


Figure 6 : Procédé de production d'acide sulfurique

❖ Première étape : Combustion du soufre

- Le soufre liquide, filtré au préalable, est oxydé en anhydride sulfureux dans le four par l'oxygène de l'air sec, pour éviter la formation de brouillard d'acide très corrosif, il s'impose d'utiliser de l'air parfaitement déshydraté. Le séchage s'effectue selon le principe de l'absorption gaz- liquide à contre-courant, dans des colonnes d'absorption, communément appelées tours de séchage.
- La température du four est entre 850 et 1000°C.
- L'oxydation du soufre est une réaction très exothermique. La récupération de cette chaleur se fait à travers une chaudière
- La chaudière de récupération a pour rôle de récupérer la chaleur des gaz de combustion et produire la vapeur à haute pression.

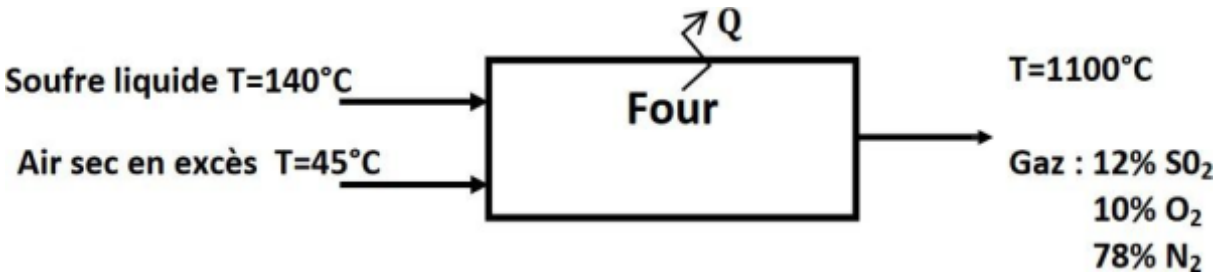


Figure 7: Four de combustion

- L'anhydride sulfurique est obtenu par oxydation de l'anhydride sulfureux SO_2 dans un convertisseur contenant un catalyseur dont le principe actif est le pentoxyde de vanadium (V2O5). L'oxydation est fortement exothermique, la réaction amorcée à environ 430°C atteint rapidement 600°C. Avant introduction dans le lit suivant, le gaz formé est refroidi à 430°C.
- Environ 60 % de cette énergie est utilisée pour produire de la vapeur d'eau.

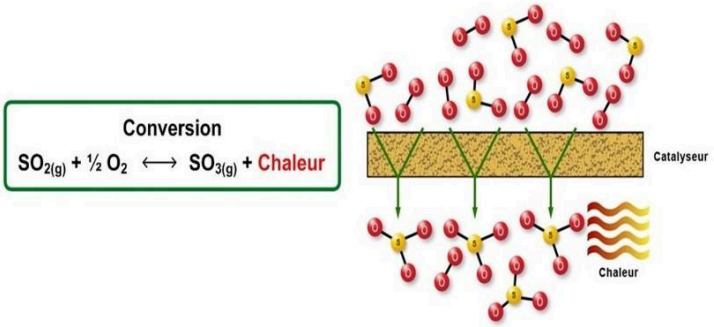


Figure 8 : la conversion

❖ Troisième étape : Absorption

- Le SO_3 formé dans le convertisseur est absorbé pour former l'acide sulfurique, SO_3 a une très forte affinité pour l'eau.
- L'absorption est réalisée dans l'eau libre de l'acide concentré en circulation sur la colonne
- SO_3 Se dissolvant difficilement dans H_2O, H_2SO_4 est formé par augmentation de la concentration de solutions de H_2SO_4 à 98,5 % en donnant des oléums. L'acide commercial à 78, 96 ou 98 % est obtenu par dilution des oléums formés.

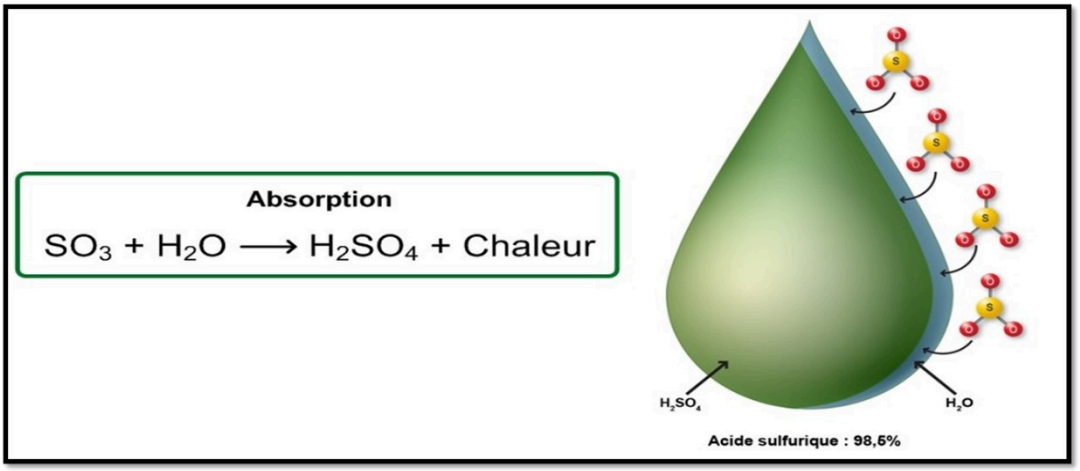


Figure 10 : l'absorption

L'OCP produit de l'acide sulfurique pour diverses applications, mais son objectif principal est de l'utiliser pour l'attaque du phosphate pour **produire de l'acide phosphorique.**

II. Fabrication d'acide phosphorique :

1. Définitions :

L'acide phosphorique est un oxacide à base de phosphore de formule H_3PO_4. C'est est un composé chimique classé en deuxième position dans la production mondiale des acides après l'acide sulfurique. L'acide Phosphorique Marchand est un produit intermédiaire de la chaîne de valeur du phosphate.

Il est utilisé pour la production d'engrais, de compléments alimentaires pour animaux et pour des besoins industriels. Il peut aussi être appliqué directement par fertigation.

2. Propriétés de l'acide phosphorique :

Tableau 4 : Propriétés de l'acide phosphorique

Formule	H_3PO_4
Etat physique	Solide
Masse molaire	98 g/ mol
Point de fusion	- 42,35°C (pur) - 21°C (à 85%) - 17,5°C (à 75%)
Point d'ébullition	- 213°C (pur) - 158°C (à 85%) - 135°C (à 75%)
Densité	- 1,874 (pur) - 1,685 (à 85%) - 1,574 (à 75%)
Pression de vapeur	- 4 Pa à 20°C (pur) - 200 Pa à 20°C (à 85%) - 75 Pa à 20°C (à 75%)

3. Utilisation :

L'acide phosphorique (aq) utilisé dans les applications suivantes : La fabrication d'engrais superphosphates ; La synthèse de détergents et de diverses formes de phosphates ; Le décapage et le traitement de surfaces de métal ; notamment dans le cola ; Le traitement des eaux usées.

4. Différents types de procédés de fabrication :

- Procédé par voie humide :

Qui consiste à attaquer directement le phosphate par l'acide sulfurique.

En pratique, la fabrication de l'acide phosphorique par voie humide fait intervenir les opérations suivantes :

- Broyage du minerai.
- Attaque du phosphate.

- Séparation de l'acide phosphorique.
- Concentration de l'acide.

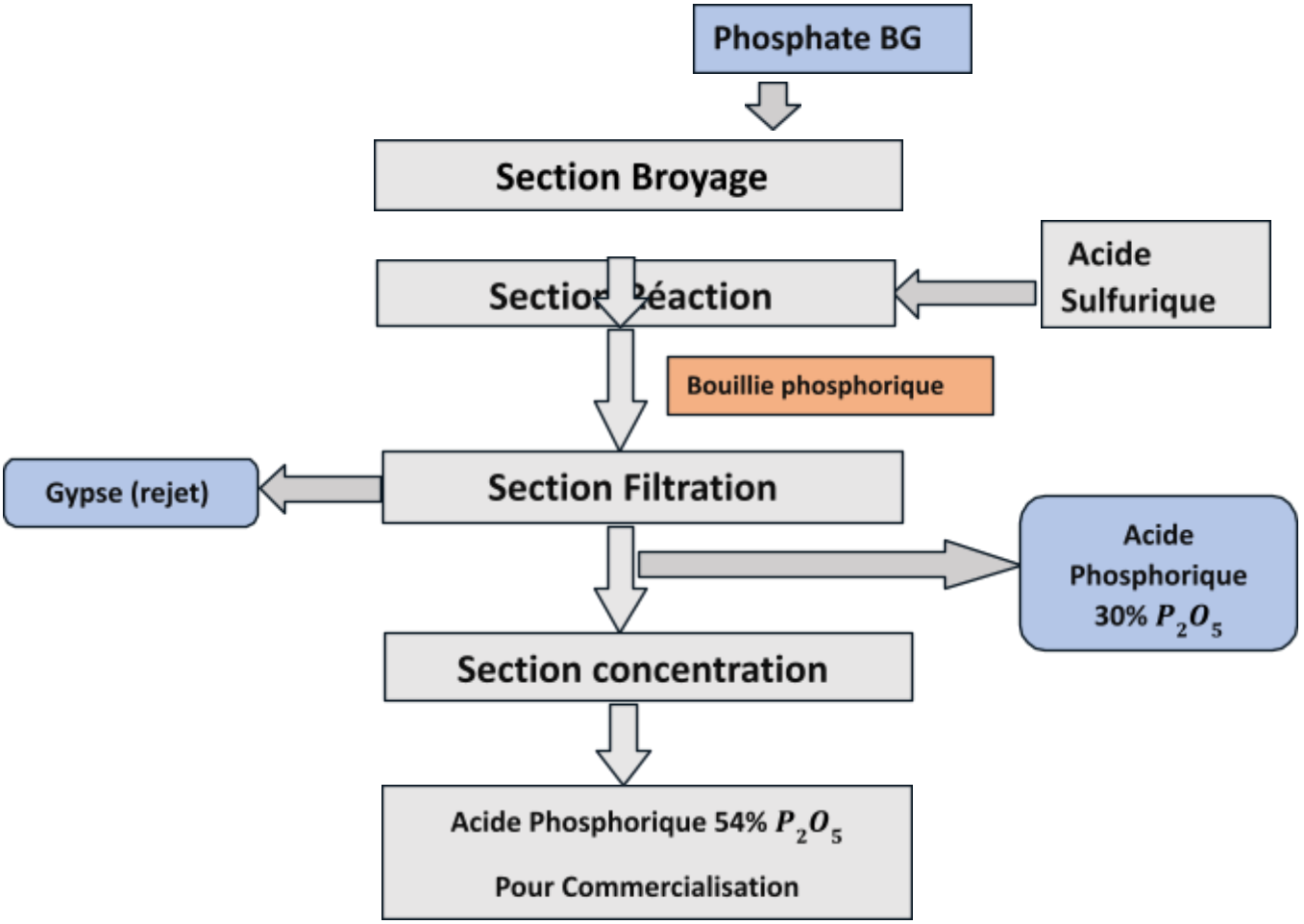


Figure 11: procédé de fabrication d'acide phosphorique

Ce procédé comporte les principales étapes suivantes :

❖ **Broyage du phosphate :** Le broyage consiste à préparer le Phosphate à la réaction en réduisant sa granulométrie de 400µm. Le Phosphate lavé avec une teneur d'Humidité de 13% à 20% est transporté à partir du stock de Laverie par des convoyeurs passe vers des trémies ou silos de stockage dont la capacité est d'environ 300 tonnes pour chaque ligne (3 lignes).

Il consiste à réduire la granulométrie du phosphate lavé pour augmenter la surface d'attaque par l'acide sulfurique et le rendement des réactions.

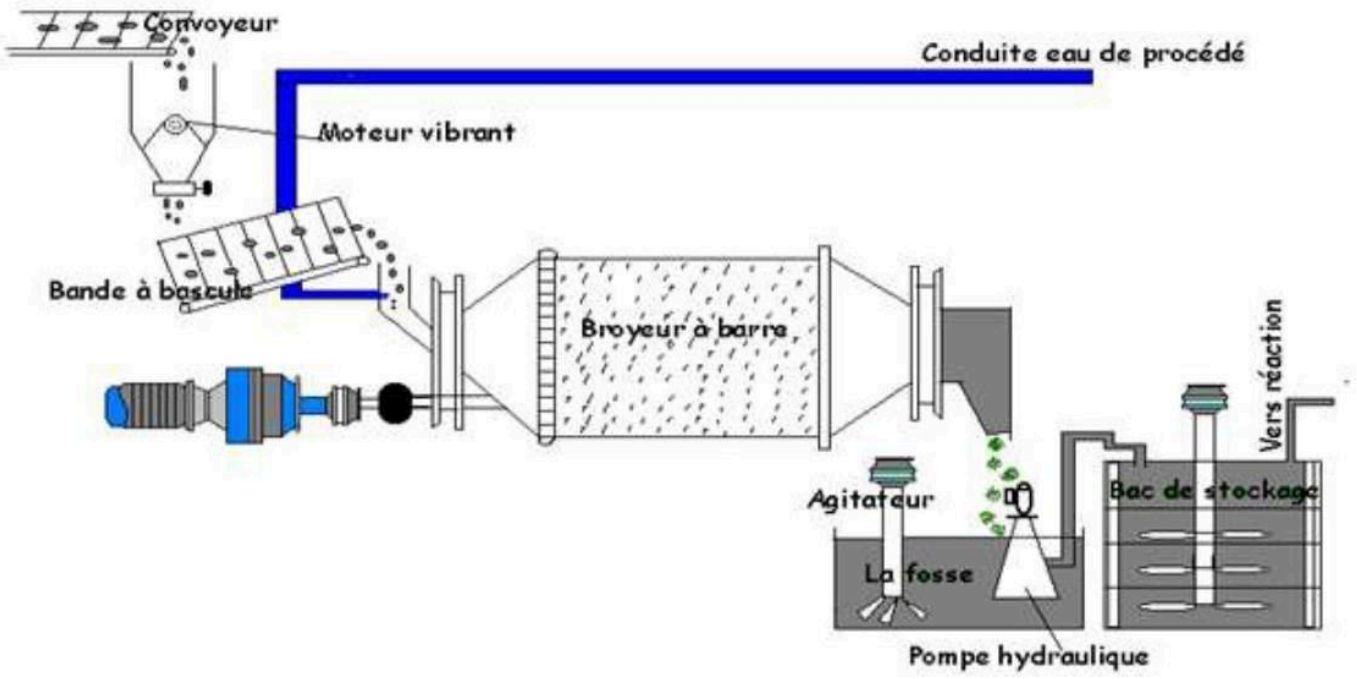


Figure 12: Le Broyage de phosphate

❖ Attaque du phosphate broyé par l'acide sulfurique :

Le phosphate produit à l'atelier Broyage est acheminée vers les prés-mélangeurs où est attaquée par l'acide phosphorique de retour (18 à 22% de P_2O_5) et ensuite par l'acide sulfurique concentre 98% en milieu aqueux dans les digesteurs.

Les réactions principales :

- L'Attaque du phosphate par $\boldsymbol{H_3PO_4}$, pour former le phosphate mono-calcique soluble ($\boldsymbol{H_2PO_4}$)

$$\boldsymbol{Ca}(\boldsymbol{PO_4}) + \boldsymbol{4H_3PO_4} \longrightarrow \boldsymbol{3Ca}(\boldsymbol{H_2PO_4})_2$$

- La réaction entre le phosphate mono-calcique et l'H2SO4 pour former l'acide phosphorique et le gypse

$$(\boldsymbol{H_2PO_4})_2 + \boldsymbol{H_2SO_4} + ½\,\boldsymbol{H_2O} \longrightarrow \boldsymbol{2H_3PO_4} + (\boldsymbol{CaSO_4}, ½\,\boldsymbol{H_2O})$$

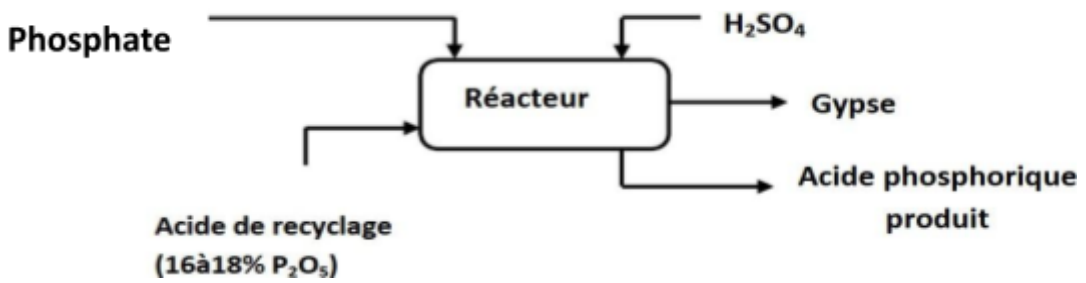


Figure 13: L'attaque de phosphate

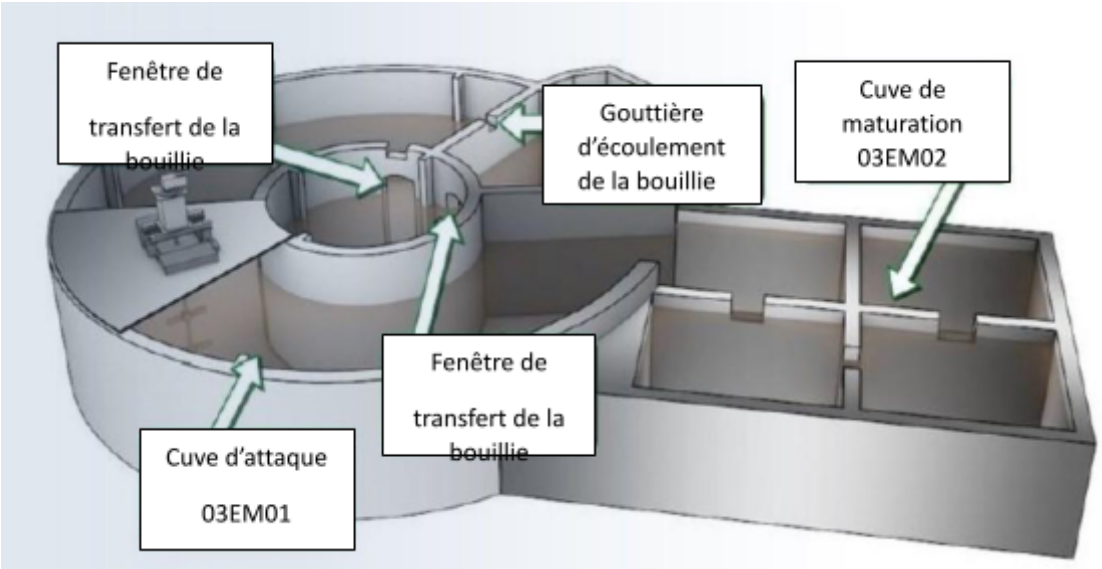


Figure 14: cuve d'attaque

❖ Filtration de la bouillie phosphorique :

Objectif : Séparer la phase liquide (acide phosphorique de 30% en P_2O_5) de la phase solide (gypse) dans la bouillie obtenue après la réaction chimique.

Étapes :

1) **Pré-secteur :** La bouillie arrive dans le pré-secteur où les premiers éléments solides commencent à se déposer. Le filtrat obtenu est appelé "acide de retour" et est re-introduit dans la réaction.
2) **Secteur fort :** Formation du "gâteau" de gypse. Le filtrat d'acide fort (30% P_2O_5) est collecté et stocké.
3) **Lavage du gâteau :**
   -Secteur moyen : Premier lavage avec du filtrat d'acide faible pour obtenir de l'acide moyen.
   -Secteur faible : Deuxième lavage avec du filtrat du secteur de lavage des toiles pour obtenir de l'acide faible (utilisé pour le premier lavage).
4) **Déchargement du gypse :**
   -Les cellules du filtre rotatif se retournent une par une.
   -Le gypse est déchargé dans une trémie et soufflé par de l'air.
   -Le gypse tombe sur une grille arrosée d'eau de mer.
   -Les morceaux de gypse sont délités par des jets d'eau de mer dans le repulpeur.
   -La pulpe résultante est évacuée.

- L'eau de mer utilisée pour le lavage du gypse provient du condenseur.
- Le processus permet de récupérer l'acide phosphorique concentré et d'éliminer le gypse sous forme de pulpe.
- Après filtration Stockage de l'ACP dilué (30% de P_2O_5)
- Traitement des gaz **:** Elimination du CO_2 et absorption du SiF_4 et du HF par l'eau.

Figure 15: La filtration d'acide Phosphorique

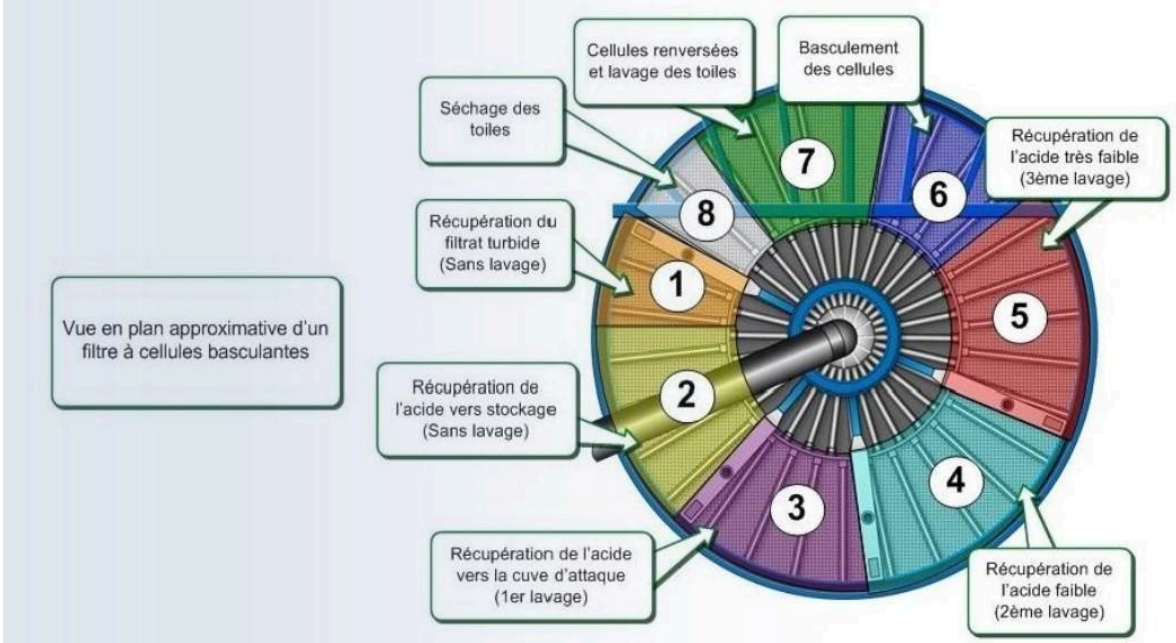


Figure 16: Fonctionnement du filtre

❖ Concentration de l'acide phosphorique (ACP) dilué produit :

L'acide 30% est concentré à 54% en P_2O_5 par échange thermique avec circulation de la vapeur d'eau à basse pression pour obtenir un produit destiné à l'exportation.

La concentration a pour but d'éliminer une quantité d'eau contenu dans l'acide phosphorique 28-29% en P_2O_5de façon à augmenter sa teneur à 54% P_2O_5.

Le principe de la concentration se base sur l'évaporation de l'acide phosphorique sous vide à une pression d'environ 60 torr et une température de 80°C dans le bouilleur, pour éliminer l'eau et d'autres corps volatils.

Évaporation de l'eau sous vide.

Étapes :

1) **Chauffage :** L'acide est chauffé à 80°C dans un échangeur.
2) **Ébullition sous vide :** L'acide est introduit dans un bouilleur sous vide (80 mm Hg). L'eau s'évapore à basse température (80°C) et les gaz sont éliminés par une unité à vide.
3) **Échelons de concentration :**
   - L'acide passe par 2 ou 3 échelons identiques.
   - Dans les 2 premiers, la concentration atteint 46% en P_2O_5.
   - Le troisième échelon concentre l'acide jusqu'à 54%.

Composants d'un échelon :

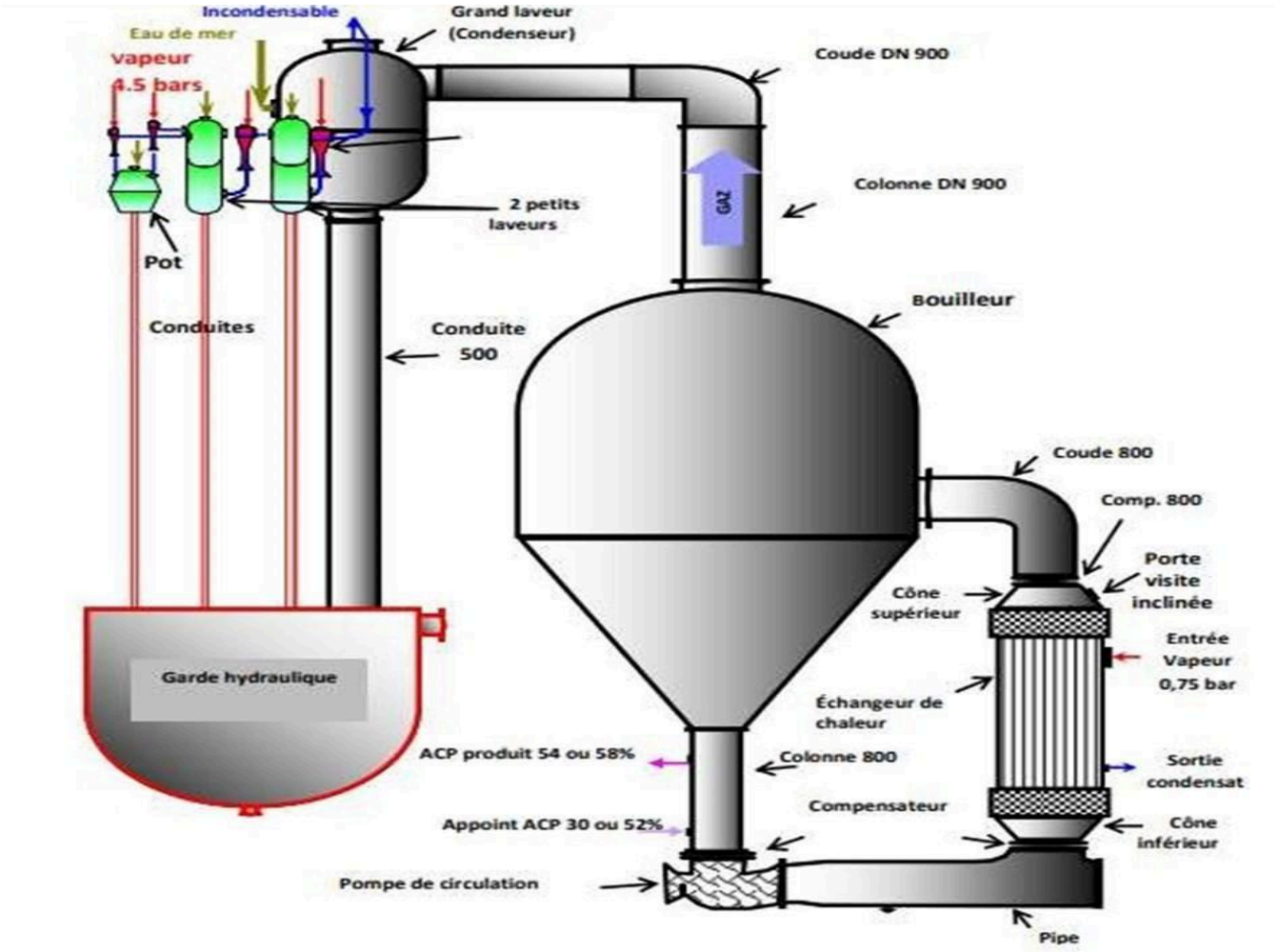


Figure 17: Schéma d'un échelon de concentration

❖ Stockage d'acide phosphorique 54% :

Avant sa livraison aux lignes de granulation d'engrais et au stockage principal, l'acide phosphorique concentré à 54% en P_2O_5 subit un refroidissement et une décantation dans l'unité de stockage.

L'étape de stockage de l'acide phosphorique concentré permet de réduire davantage la concentration en impuretés de l'acide phosphorique concentré provenant des échelons de concentration. Cet acide concentré clarifié, dont le taux de solide a été réduit à moins de 1%, est ensuite stocké.

Conclusion : Ce chapitre a exploré en profondeur le processus fascinant de fabrication d'acide phosphorique, un élément essentiel pour de nombreux secteurs industriels et agricoles. Et le chapitre suivant promet d'être un regard éclairant sur un défi entrave le processus de fabrication d'acide phosphorique.

Chapitre 3 : Traitement de sujet

Étude bibliographique et Analyse du Rôle des Surfactants dans l'Industrie du Phosphate

Introduction :

Le processus de fabrication de l'acide phosphorique constitue une étape clé au sein du groupe OCP, et la qualité du phosphate utilisé joue un rôle déterminant dans la formation de mousse au cours de ce procédé. Ce phénomène, complexe par nature, peut affecter à la fois la qualité et le rendement de la production. Dans le cadre de notre stage intitulé **« Étude et analyse du rôle des surfactants dans l'industrie du phosphate lors de la fabrication d'acide phosphorique »**, nous nous intéressons particulièrement à la capacité moussante de différentes qualités de phosphate, ainsi qu'à l'efficacité des surfactants utilisés comme agents antimousse. L'objectif de cette étude est de mieux comprendre l'influence de ces composés sur la formation de mousse durant le processus de production.

I. Étude bibliographique :

1. Problématique :

En quoi les propriétés physico-chimiques du phosphate influencent-elles la formation de mousse au cours du processus de fabrication de l'acide phosphorique ? Et quelles sont les méthodes permettant de réduire ou d'éliminer cette mousse afin d'optimiser le rendement et la stabilité du procédé ?

2. Objectifs :

Cette étude vise à analyser et quantifier l'impact des diverses qualités de phosphate sur la formation de mousse lors de la production d'acide phosphorique. Elle cherche également à évaluer la capacité moussante de ces différentes qualités afin de mieux comprendre les mécanismes sous-jacents, d'optimiser les conditions du procédé industriel, ainsi que d'étudier l'application d'additifs antimousse pour réduire ou éliminer efficacement la formation de mousse.

3. La définition de la mousse :

La mousse est une dispersion de bulles de gaz dans un milieu continu, liquide ou solide. Elle se caractérise par la présence de phases gazeuses enfermées dans une phase continue, dont les propriétés dépendent des interactions entre bulles et du milieu environnant (Weaire & Hutzler, 1999).

4. Les types des mousses :

- ✔ **Mousses sphériques ou mousses humides**

Ces mousses sont composées de bulles sphériques entourées d'un film liquide relativement épais, maintenues par la tension de surface du liquide. La stabilité est fortement liée à la taille des bulles : les petites bulles sont plus stables car elles ont une plus faible tendance à la coalescence et à l'éclatement, tandis que les bulles plus grosses tendent à rendre la mousse instable du fait de l'amincissement des films liquides entre elles (Kraynik, 1988; Drenckhan & Hutzler,2015).

Exemple : La mousse de savon, où les molécules tensioactives réduisent la tension superficielle et stabilisent les bulles (Exerowa & Kruglyakov, 1998).

✔ **Mousses polyédriques ou mousses sèches**

Lorsque la fraction volumique en gaz augmente, les bulles sont comprimées et se déforment en polyèdres. Les films liquides entre bulles deviennent très fins, conférant une texture sèche à la mousse. La stabilité repose alors principalement sur les interactions physiques entre les bulles, et la faible quantité de liquide disponible (Weaire & Hutzler, 1999).

Exemple : La mousse de bière, où les bulles passent d'une forme sphérique à polyédrique à mesure que le liquide s'écoule et que la mousse s'assèche (Rodriguez et al., 2002)

5. Composition et propriétés du phosphate :

Le phosphate, ou ion orthophosphate, est un anion polyatomique de formule chimique PO_4^{3-} et de masse moléculaire 94,97 daltons. Il adopte une structure tétraédrique, avec un atome de phosphore central entouré de quatre atomes d'oxygène.

Au Maroc, les gisements de phosphate sont principalement d'origine sédimentaire et se sont formés il y a environ 70 millions d'années. La qualité du phosphate est généralement exprimée par sa teneur en pentoxyde de phosphore (P_2O_5), un indicateur clé de sa richesse.

Tableau 5: Composition chimique moyenne du minerai de phosphate

Formule chimique	P_2O_5	CO_2	$C_{Organique}$	BPL $Ca_3(PO_4)_2$	H_2O	C_aO	Fe, Al, Mg, F, Si, Na, K

6. L'influence de la qualité du phosphate sur la formation de la mousse :

La présence de **matières organiques** dans le minerai de phosphate entrave la production d'acide phosphorique en générant de la mousse, affectant négativement la performance et la qualité du produit final.

L'étude menée ici met en lumière l'impact du carbone organique (C_{org}) et du carbonate présent dans le minerai de phosphate sur la formation de mousse. Les résultats indiquent une corrélation directe entre la teneur en $Corg$ et en carbonate et le volume de mousse produit. Les types de minéraux phosphatés sont toujours associés à la matière organique (MO), à la matière organique, avec une concentration variante de 1% à 3,5%, Pour minimiser la formation de mousse et ses effets néfastes, il est crucial de sélectionner des minerais de phosphate avec des teneurs en $Corg$ inférieur à 0,1% et en carbonate inférieur à 3%. Cette approche permettrait d'améliorer la production d'acide phosphorique en réduisant l'utilisation d'antimousses et en garantissant un produit final de qualité supérieure.

En particulier sa teneur en OC et en carbonate, joue un rôle crucial dans la production de mousse lors de la fabrication d'acide phosphorique. **(Islaam Anouar 1, 2021).**

7. Mécanismes de formation de mousse dans la phase phosphorique :

La formation de mousse lors de la production d'acide phosphorique est un phénomène complexe résultant de plusieurs facteurs chimiques et physiques. L'un des mécanismes majeurs impliqués est la décomposition des carbonates présents dans la roche phosphatée, notamment la dolomite ($CaMg(CO_3)_2$) et la calcite ($CaCO_3$), selon les réactions suivantes :

Décomposition de la dolomite : $CaMg(CO_3)_2 \rightarrow CaO + MgO + CO_2$
Décomposition de la calcite : $CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$

Ces réactions génèrent du dioxyde de carbone (CO_2), un gaz clé dans la formation de mousse. En effet, le CO_2 peut s'adsorber sur les surfaces des particules de phosphate, contribuant à leur stabilisation et favorisant ainsi la formation et la rétention de bulles de gaz dans le milieu réactionnel (Akitt & Atkinson, 1985; Handa & Holm, 1993). Par ailleurs, la chaleur dégagée lors de ces réactions exothermiques augmente la température locale du mélange, ce qui peut accroître la mobilité des molécules et la formation de mousse (Van der Meer et al., 2002).

Ainsi, la formation de mousse dans la phase phosphorique est intimement liée à la composition chimique du phosphate, notamment sa teneur en carbonates, et aux conditions thermiques du procédé. Une analyse chimique précise des échantillons de phosphate est essentielle pour évaluer leur potentiel moussant et adapter les conditions de production afin de limiter ce phénomène indésirable (Michaud et al., 2011).

8. Les Problèmes concernant la formation de la mousse :

La présence de matières organiques (MO) et de carbonate dans les phosphates sédimentaires

utilisés pour la production d'acide phosphorique pose des problèmes majeurs :

- Formation de mousse excessive
- Augmentation de la viscosité et production de phosphogypse hémihydraté
- Mauvaise filtration
- Couleur noire de l'acide phosphorique
- Augmentation de la consommation d'acide sulfurique
- Une augmentation de la température dans les équipements de production,
- Corrosion des équipements
- Perturbation des conditions d'exploitation et augmentation des pertes deP_2O_5
- Les capteurs de mesure le volume d'acide peuvent également détecter la présence de mousse, ce qui gêne la lecture précise du volume d'acide phosphorique
- La mousse peut entraîner une augmentation de la consommation d'énergie et une usure prématurée des équipements de pompage.

9. Les moyens d'élimination d'une mousse :

Pour contrôler la formation des mousses ou pour engendrer leur destruction, différentes stratégies sont utilisées commercialement selon les besoins. On distingue les moyens mécaniques, les moyens thermiques et les moyens chimiques.

9.1. Les moyens mécaniques :

Il est possible de limiter la formation de la mousse en éliminant les prises d'air sur les pompes et en réduisant le brassage et la chute des liquides (Hein et al., 2006). Pour éliminer la mousse, déjà formée, certaines industries utilisent des stratégies mécaniques telles que la projection d'un liquide à la surface de la mousse, l'utilisation d'ondes ultrasonores, l'irradiation avec des particules α, par la création d'une forte pression capillaire dans la mousse ou par l'utilisation de dispositifs mécaniques rotatifs (Bensouissi, 2007 ; Garrett, 2013). Les effets de ces techniques sont immédiats et efficaces mais demeurent temporaires puisque la mousse peut se reformer une fois le traitement achevé (Bensouissi, 2007).

9.2 Les moyens thermiques :

Le chauffage des surfaces des installations en contact avec la solution moussante ou l'application de jets de vapeur sont d'autres méthodes parfois utilisées pour fragiliser la mousse. La chaleur provoque l'expansion du gaz dans les bulles, diminue la viscosité du liquide et augmente les chocs moléculaires au niveau des films de la mousse. Ces techniques sont cependant coûteuses et peu rentables (Bensouissi, 2007).

9.3 Les moyens chimiques :

Le contrôle de la mousse est une étape essentielle dans de nombreux procédés technologiques et il est bien connu dans de nombreuses industries telles que la pâte et le papier, la fermentation, la récupération de pétrole et de gaz, la flottation par mousse, le traitement des eaux usées, la teinture textile, la production d'acide phosphorique, la production d'aliments et de boissons, ainsi que dans les procédés chimiques. De plus, de nombreux produits de consommation des produits pharmaceutiques aux peintures et adhésifs nécessitent souvent un contrôle de la mousse lors de leur application. (Denkov et al., 2013)

La méthode la plus courante de contrôle de la mousse consiste à utiliser des additifs chimiques pour prévenir ou réduire la formation de mousse indésirable. Selon leurs propriétés, ces produits chimiques sont appelés soit **antimousses** (pour prévenir), soit **démoussants** (pour réduire). Un troisième type d'application peut être décrit comme un compromis entre les deux, où une quantité limitée de mousse avec une durée de vie limitée est bénéfique pour le produit (par exemple, les détergents pour lave-linge). Dans ce dernier cas, le terme le plus approprié pour les produits chimiques utilisés est **agents de contrôle de la mousse**.

Cependant, il convient de noter que dans de nombreuses publications, ces trois types de produits peuvent être désignés indifféremment par un seul de ces termes (antimousse, démoussant ou agent de contrôle de la mousse).

La dose moyenne d'additifs chimiques pour le contrôle de la mousse est faible (généralement entre 0,01 et 0,5 % en poids) en raison de leur coût élevé et de leur manque d'efficacité à des concentrations plus importantes.n(Garret, 1993 ; Denkov, 2004 ; Wasan et al., 1994)

- **Diverses substances chimiques utilisées comme additifs pour le contrôle de la mousse**

Il existe différentes substances chimiques utilisées comme additifs pour contrôler la formation de mousse, et dans de nombreux cas, des substances similaires peuvent être utilisées pour les trois fonctions décrites précédemment (antimousse, démoussant, agent de contrôle de la mousse).

Exemples de ces substances (Denkov et al., 2014) :

✔ Huiles : silicones et minérales

- ✔ Graisses : d'origine végétale ou animale
- ✔ Mélanges d'huiles et de particules formant les « composés » antimousses
- ✔ Diverses molécules amphiphiles : alcools, acides gras, esters gras
- ✔ Polymères spécifiques partiellement solubles dans l'eau, tels que ceux à base d'unités d'oxyéthylène, d'oxypropylène et d'oxybutylène

Bien que toutes ces substances puissent avoir la même finalité, il existe des différences subtiles entre elles. Une substance possédant de bonnes propriétés démoussantes ne fonctionne pas nécessairement bien comme antimousse, et inversement. Ces différences peuvent être mieux comprises en analysant **les mécanismes d'action** des substances ainsi que **les principaux facteurs de contrôle**.

Cependant, il est souvent difficile d'expliquer pourquoi une substance peut être très efficace dans certaines applications et inefficace dans d'autres, en raison de la **complexité chimique** des substances et de la **diversité de leurs domaines d'application** (Denkov et al., 2014).

Des études menées pour mieux comprendre les systèmes antimousses ont suggéré que l'analyse physico-chimique du mode d'action des antimousses pouvait être une approche très utile.

L'objectif principal de cette approche est de **réduire la diversité des compositions à un nombre limité de scénarios mécanistiques** et de **définir clairement les mécanismes d'action**. Cela permettrait de rationaliser les efforts d'optimisation en ne faisant varier que les **paramètres physico-chimiques critiques** nécessaires au contrôle du mécanisme (Denkov et al., 2014), notamment :

- ✔ les angles de contact
- ✔ les tensions interfaciales
- ✔ les propriétés rhéologiques

✔ la taille des globules d'antimousse

Malheureusement, **la plupart des techniques classiques de mesure physico-chimique ne sont pas adaptées** à l'étude directe des agglomérats complexes de bulles de gaz en train de se vider dans un liquide en mouvement.
Une approche plus pertinente pour comprendre les bases de la **stabilité de la mousse** a été obtenue par des études menées sur des **lamelles de mousse isolées**. Cela est logique, car la dégradation de la mousse est, en fin de compte, un processus composé de la rupture de nombreuses lamelles individuelles.
(*Ullmann's Encyclopedia*, 1986)

10. Agents de contrôle de la mousse :

Le développement des agents de contrôle de la mousse (c'est-à-dire les antimousses) a commencé au début du XXe siècle avec des dispositifs mécaniques tels que les jets d'air, les têtes de distillation spéciales, les roues à pales, les canaux en spirale perforés, les centrifugeuses, etc. Cependant, ces méthodes ont rapidement été jugées trop coûteuses en raison de leur consommation énergétique, ce qui a conduit au développement de méthodes chimiques pour lutter contre la formation de mousse. Au cours des premières décennies (des années 1940 aux années 1970), le marché était dominé par les produits antimousses à base d'huile, avant que les formulations combinant **huile + particules hydrophobes** ne s'imposent comme plus efficaces (Karakashev et Grozdanova, 2012).

Les antimousses sont définis comme des **émulsions contenant des particules hydrophobes** qui interagissent avec la mousse (Karakashev et Grozdanova, 2012). Théoriquement, le processus de démoussage (ou antimoussage) intervient lorsque le film stable entourant les bulles est perturbé et se rompt. Cela se produit lorsque des gouttelettes insolubles se répandent à la surface du film, repoussant l'eau et créant des zones de faiblesse qui provoquent l'éclatement des bulles (Wamsley et Gammon, 1994). Selon Evonik (2015), l'huile agit typiquement comme un **vecteur pour les particules**.

Tableau 6: Liste des substances employées comme antimousses

Variété	Substance
Composés organiques à base de silicium	Polydialkylsiloxanes
	Résines silicones
Hydrocarbures	Huiles minérales et cires
	Paraffines
	Huiles synthétiques et cires
	Huiles de table et cires
	Cires naturelles et microcristallines
Carboxylates	Acides gras et esters d'acide gras
	Savons
Composés contenant de l'azote	Amines
	Amides
	Résines à base de mélamine
	Urées
Phosphates	Esters des acides mono- et dialkylphosphoriques
	Esters des acides fluoroalkylphosphoriques
Composés fluorés	Alcools fluorés et acides carboniques

Comme expliqué, le rôle des antimousses chimiques repose sur la **déstabilisation du film liquide** en entourant les bulles d'air présentes dans la mousse par des particules hydrophobes (Prins et van't Riet, 1987 ; Karakashev et Grozdanova, 2012). Ce processus, relativement complexe et de durée variable, peut toutefois être décomposé en trois **mécanismes principaux d'action** des agents antimousse, tels que décrits par **Wacker Chemie (2018)** :

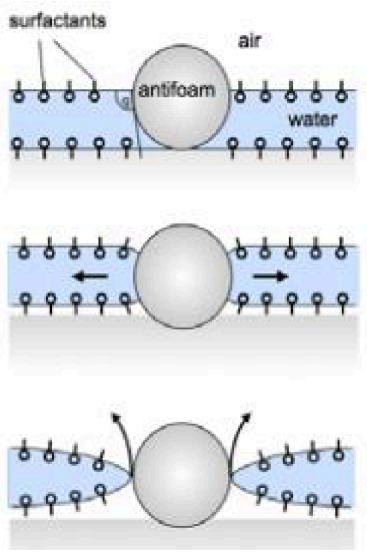


Figure 18: Mécanisme de démouillage créé par le « pontage » des gouttelettes antimousse Wacker Chemie (2018).

Dans la Figure 18, la gouttelette d'antimousse pénètre dans la lamelle de la mousse tout en déplaçant les composés tensioactifs de l'interface. Les gouttelettes d'antimousse commencent alors à « dé-mouiller » leur environnement, ce qui conduit à un amincissement de la lamelle et, finalement, à la rupture de la bulle.

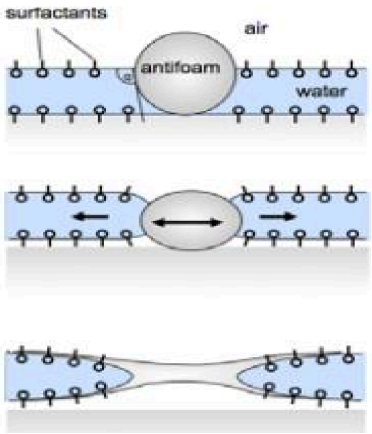


Figure 19: Mécanisme d'étirement créé par le « pontage » des gouttelettes d'antimousse. (Wacker Chemie, 2018)

Dans la Figure 19, les gouttelettes d'antimousse pénètrent la lamelle de mousse et forment des "ponts" hydrophobes entre les interfaces qui s'étirent en raison des pressions capillaires non compensées aux interfaces particule-eau. À mesure que l'étirement augmente, la lamelle commence à se rompre au niveau de la partie la plus fine de la gouttelette de fluide antimousse étirée.

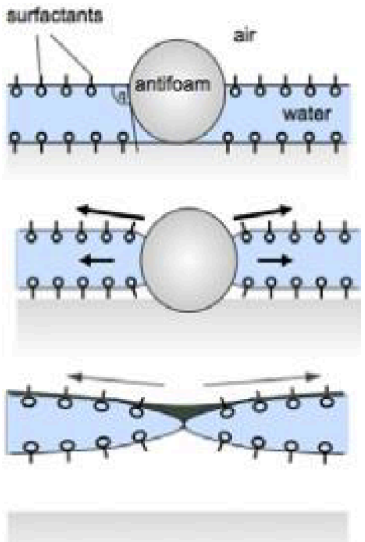


Figure 20 : Mécanisme d'entraînement de fluide créé par la propagation de gouttelettes d'antimousse. (Wacker Chemie, 2018)

Dans la Figure 20, les gouttelettes d'antimousse se propagent dans le film liquide et pénètrent la lamelle de mousse. L'effet Marangoni provoque un drainage de l'eau autour des gouttelettes, ce qui entraîne un amincissement progressif de la lamelle. Cette diminution d'épaisseur fragilise la structure, facilitant ainsi sa rupture et menant à la coalescence des bulles, comme illustré dans la Figure 21.

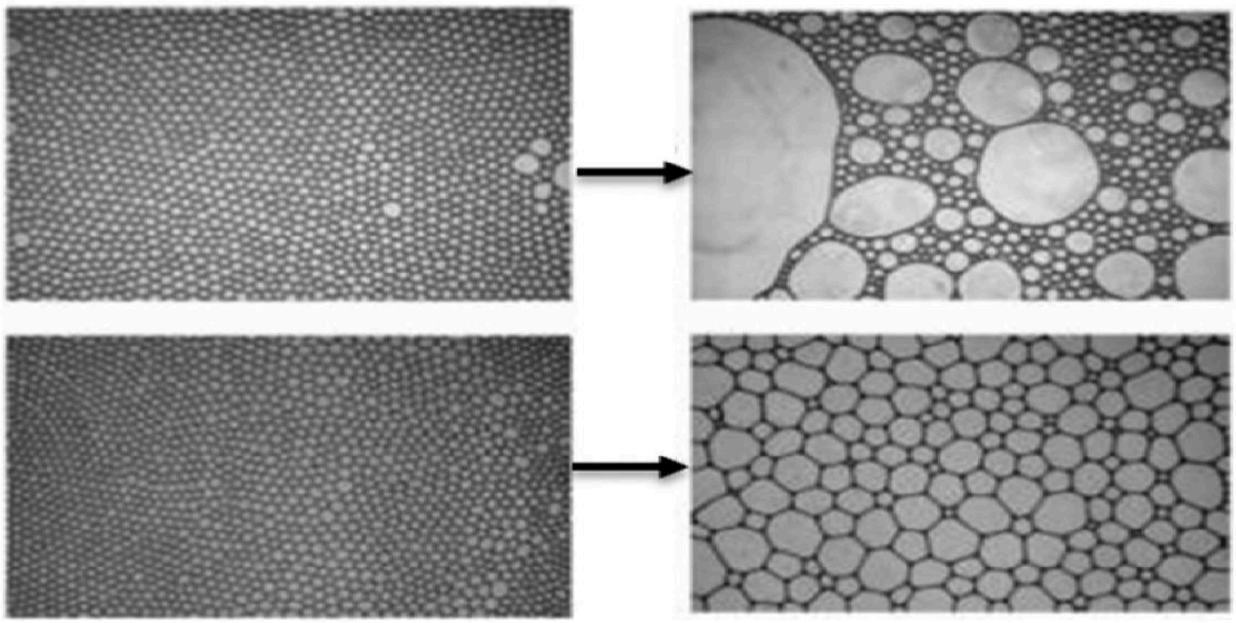


Figure 21 : Les images du haut montrent une coalescence et les images du bas montrent un grossissement

La capacité de rupture du film par une particule dépend de plusieurs facteurs subtils, tels que l'angle de contact critique de rétraction entre le film moussant et la particule, ainsi que l'émergence d'un écoulement convexe induit par les forces capillaires locales à proximité de la particule (Karakashev et Grozdanova, 2012).

Bien qu'il soit extrêmement difficile de déterminer expérimentalement quel antimousse serait le plus efficace dans une situation donnée, plusieurs propriétés physiques clés doivent être prises en compte lors du choix des composants de l'antimousse et de la formulation finale (Wamsley et Gammon, 1994) :

- ✔ Une **tension superficielle inférieure** à celle du milieu moussant ;
- ✔ **Capacité de dispersion et de solubilité chimique**, qui influent sur la performance de

l'antimousse, la vitesse de réaction et la **persistance de la formulation**, essentielles pour la rentabilité ;

- ✔ La **viscosité du produit final**, car des huiles à faible viscosité se propagent plus rapidement, ce qui est important dans une phase où la formation de mousse est continue ;
- ✔ Une **distribution optimale de la taille moyenne des particules hydrophobes**, car une taille trop grande réduit l'efficacité du mécanisme de pontage, et une taille trop petite empêche la formation de ponts ;
- ✔ Une **distribution optimale des masses molaires** des composants (par ex. huiles minérales, amides gras, composés silicones), afin de les adapter aux applications antimousses et **d'améliorer leur rentabilité**.

Cependant, l'ajout d'agents antimousse peut également présenter des **inconvénients**, notamment une **réduction significative du taux de transfert d'oxygène (OTR)**. L'OTR est défini comme le débit stationnaire auquel l'oxygène peut diffuser à travers un film, et sa diminution est souvent attribuée à **l'accumulation de l'antimousse à l'interface gaz-liquide**, où il forme une **barrière supplémentaire** à la diffusion de l'oxygène.

Bien qu'il existe différents types d'antimousses, **plusieurs études** ont montré qu'ils **se comportent tous de manière similaire à l'interface**, entraînant ainsi une réduction du transfert d'oxygène (McClure et al., 2017)

11. Agents tensioactifs :

Les **agents tensioactifs**, ou **surfactifs**, sont des composés chimiques largement utilisés pour réduire la tension superficielle des liquides ou la tension interfaciale entre deux phases (Krüss, 2018). Ils sont particulièrement employés dans des applications impliquant un contact ou un mélange entre différentes phases, comme le nettoyage, le mouillage, le revêtement ou l'émulsification. Ces agents chimiques permettent de mobiliser et d'associer des matériaux (généralement de l'eau, des huiles, des graisses et des solvants) qui ne se mélangeraient pas naturellement en raison de leurs propriétés moléculaires incompatibles (Cesio, 2017).

Les tensioactifs sont également responsables de la formation de mousse, et leur présence a un effet stabilisant qui augmente la durée de vie de la mousse. Ce phénomène s'explique par la nature

amphiphile des tensioactifs, qui entraîne leur adsorption préférentielle à l'interface air-liquide, réduisant ainsi la tension interfaciale et facilitant la formation de bulles. De plus, les tensioactifs empêchent l'effondrement des bulles de gaz en s'accumulant dans la région de bord de Plateau , renforçant ainsi leur stabilité (Ullmann's Encyclopedia, 1986).

Les molécules tensioactives amphiphiles s'organisent en fonction de leur structure : les groupes polaires sont orientés vers l'eau, tandis que les chaînes hydrophobes se dirigent vers l'air, comme illustré dans la section B de la Figure 16. À très faible concentration, les groupes hydrophobes restent couchés à la surface, mais même une concentration relativement faible en tensioactifs suffit à provoquer leur redressement et la formation d'agrégats densément organisés (Ullmann's Encyclopedia, 1986).

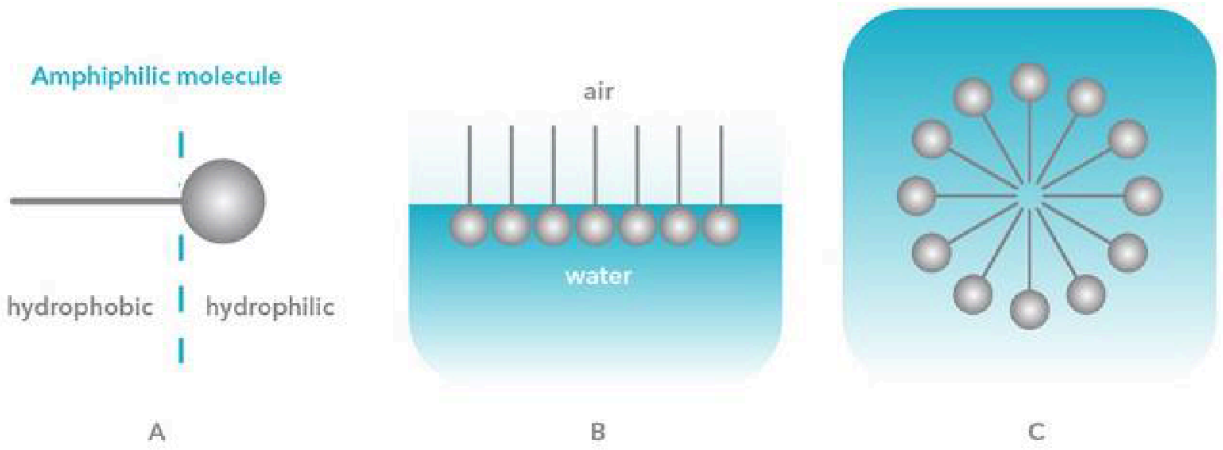


Figure 22: Orientation polaire des molécules de tensioactif. (Biolin Scientific, 2018)

11.1 Types de tensioactifs et comportement en solution :

La plupart des tensioactifs possèdent des chaînes hydrophobes (queues) relativement similaires, mais se distinguent par la nature de leur groupe polaire (tête). On les classe en quatre grandes catégories selon leur composition (Wacker Chemie, 2018 ; Hirsch, 2015) :

- **Tensioactifs non ioniques** : ils ne possèdent aucun groupe chargé. Ils génèrent une mousse importante à basse température, mais cessent de mousser voire présentent des propriétés antimousses lorsqu'ils sont chauffés à des températures adéquates.
- **Tensioactifs anioniques** : comme les sulfonates ou les phosphates, ces composés portent une charge négative. Principalement utilisés dans les détergents, ils ont une forte tendance à former de la mousse, surtout à basse température.

- **Tensioactifs cationiques** : ces molécules comportent une tête chargée positivement. Elles sont surtout utilisées pour leurs propriétés antimicrobiennes ou antifongiques.
- **Tensioactifs amphotères** (ou **zwitterioniques**) : ils possèdent à la fois des centres cationiques et anioniques sur une même molécule. De faible toxicité, ils sont souvent utilisés dans les mousses cosmétiques comme les shampoings.

11.2 Pression de diffusion et concentration micellaire critique (CMC) :

La pression de diffusion (ou *spreading pressure*) caractérise l'activité de surface d'un tensioactif (ou d'un mélange de tensioactifs) à une concentration donnée. À température stable, un équilibre dynamique s'installe entre le tensioactif dissous dans la phase liquide et celui adsorbé à l'interface.

- À faibles concentrations, la quantité de tensioactif adsorbé augmente avec la concentration.
- Parallèlement, la pression de diffusion croît, ce qui entraîne une réduction de la tension de surface.
- Une fois la pression de diffusion maximale atteinte, la capacité d'adsorption de la surface est saturée : le nombre de molécules adsorbées devient constant, même si la concentration continue d'augmenter (Ullmann's Encyclopedia, 1986).

On parle de concentration micellaire critique (CMC) pour désigner la concentration à partir de laquelle se forment des micelles. À partir de cette valeur :

- Toute quantité additionnelle de tensioactif forme des micelles dans le volume, et n'adsorbe plus à la surface.
- La tension de surface diminue de manière linéaire avec l'augmentation de la concentration de tensioactif jusqu'à la CMC, puis reste constante au-delà.
- De même, la pression de diffusion atteint un plateau et reste constante au-delà de la CMC.
- Les valeurs typiques de CMC varient fortement selon la structure moléculaire du tensioactif (Ullmann's Encyclopedia, 1986).

12. Méthodes d'étude des mousses :

L'étude des mousses est complexe, car de nombreux phénomènes physiques, chimiques et mécaniques interviennent et interagissent lors de leur formation et de leur évolution. Certaines méthodes se concentrent sur des aspects spécifiques, comme le comportement de films minces isolés, mais ces approches ne permettent pas toujours de tirer des conclusions fiables sur le comportement global des

mousses. On s'intéresse donc ici à des méthodes globales permettant d'évaluer deux propriétés fondamentales : la **moussabilité** (capacité à générer de la mousse) et la **stabilité** (durée de vie de la mousse).

12.1 Méthode de Ross-Miles :

La méthode de **Ross-Miles (norme ASTM D1173)** est une méthode **statique** couramment utilisée pour quantifier la moussabilité d'une solution. Elle consiste à verser 200 mL de solution depuis une hauteur de 90 cm dans un cylindre gradué contenant 50 mL de la même solution. La **hauteur initiale de la mousse formée** donne une indication directe de la moussabilité.

La **stabilité de la mousse** peut ensuite être évaluée en mesurant le **temps nécessaire à la disparition totale ou partielle** de la mousse. Toutefois, cette méthode présente une limite importante : après formation, la hauteur de mousse peut rester constante pendant un certain temps avant de commencer à décroître. Ce plateau est lié à un **vieillissement silencieux** de la mousse (drainage, réorganisation), sans rupture visible **(Figure23).**

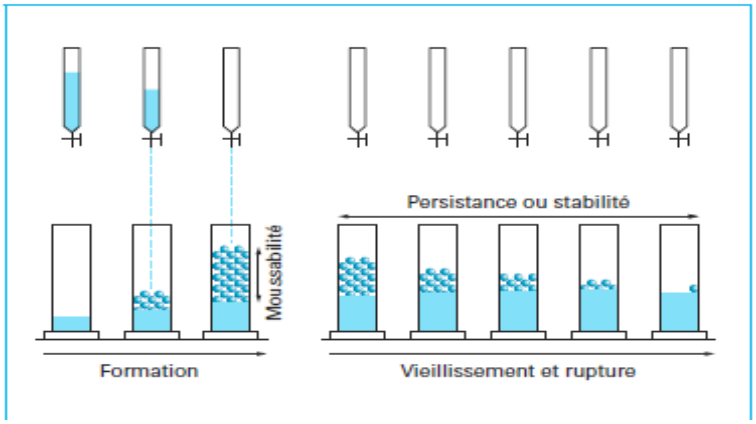


Figure 23: Méthode de Ross-Miles

12.2 Méthode de Bikerman :

La **méthode de Bikerman** est une méthode dynamique basée sur l'injection d'un débit constant de gaz dans une solution moussante via un diffuseur (fritté), générant des bulles de taille uniforme. La mousse ainsi formée s'accumule dans une colonne verticale. On observe deux effets simultanés :

- ✔ Dans la partie inférieure, la formation continue de mousse par injection de gaz ;
- ✔ Dans la partie supérieure, la destruction progressive de mousse due au vieillissement (principalement par drainage gravitationnel du liquide).

Lorsque la vitesse de destruction devient égale à celle de formation, un état d'équilibre dynamique est atteint et la hauteur de mousse se stabilise. La valeur du plateau atteint **(Figure24)** reflète à la fois la moussabilité et la stabilité de la mousse. La pente initiale de la courbe hauteur/temps est proportionnelle au débit de gaz injecté, permettant ainsi l'ajustement à divers cas expérimentaux.

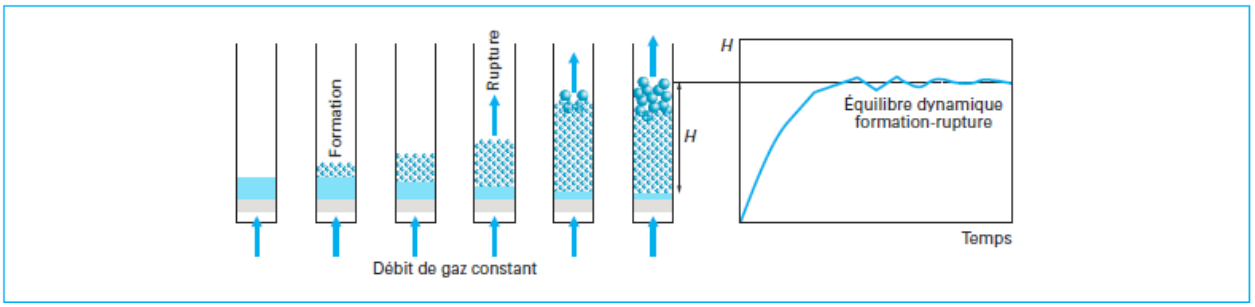


Figure 24: Méthode dynamique de Bikerman

Ces deux méthodes l'une statique, l'autre dynamique sont complémentaires pour caractériser les systèmes moussants, et leur usage conjoint permet une évaluation plus fine des propriétés physico-chimiques des mousses.

13. Les plans d'expériences :

Les plans d'expériences sont des méthodologies statistiques permettant de déterminer l'effet de plusieurs variables sur une ou plusieurs réponses. Ils aident à planifier, à exécuter et à analyser les expériences de manière efficace. Leurs principaux avantages incluent :

- ✔ Réduction du nombre d'essais (plans factoriels complets ou fractionnaires)
- ✔ Étude d'un grand nombre de facteurs
- ✔ Détection des interactions entre facteurs (plans de criblage)
- ✔ Identification des optima (plans de surface de réponse)
- ✔ Précision accrue des résultats (points centraux)

- ✔ Optimisation des résultats
- ✔ Modélisation des résultats (accès à des modèles mathématiques)

13.1 Applications des plans d'expériences :

Il peut y avoir nécessité d'utiliser un plan d'expériences principalement pour 3 raisons :

- ✔ Etudier l'influence de différents facteurs sur un signal analytique afin de tester la robustesse d'une méthode,
- ✔ Evaluer parmi un ensemble de facteurs en interaction entre eux, ceux qui sont les plus influents,
- ✔ Optimiser une grandeur expérimentale ou plusieurs en même temps. Exemple : un rendement chimique, une propriété physique et l'aspect d'un produit simultanément, etc…

13.2 Les principaux types de plans d'expériences :

- **Les plans de criblages (« screening design »)**

Les plans de criblage, ou "screening designs", sont des plans d'expériences à 2 niveaux notés 2^k, où :

- ✔ K représente le nombre de facteurs étudiés.
- ✔ 2 indique le nombre de niveaux pour chaque facteur (généralement un niveau bas et un niveau haut).

Ces plans sont appelés plans factoriels complets car ils examinent toutes les combinaisons possibles des niveaux des facteurs. Ainsi, pour chaque facteur, toutes les interactions possibles entre les facteurs sont prises en compte dans le modèle expérimental.

Par exemple, pour trois facteurs (k=3), un plan factoriel complet 2^3 comprendrait 2^3 = 8 expériences, chacune correspondant à une combinaison différente des niveaux des trois facteurs.

- **Les plans de surface de réponse (« réponse surface design »)**

Les plans de surface de réponse (ou Réponses Surface Designs) sont des plans d'expériences à trois niveaux notés 3^k, où :

- ✔ K est le nombre de facteurs étudiés.
- ✔ 3 indique le nombre de niveaux pour chaque facteur (généralement bas, intermédiaire, et haut).

Ces plans sont utilisés pour explorer et optimiser les réponses en fonction des variables indépendantes. Cependant, en raison du nombre potentiellement élevé d'expériences nécessaires, des variantes spécifiques ont été développées pour améliorer l'efficacité du processus. Parmi ces variantes, on trouve :

- **Plan central composite (Central Composite Design)**

Ce plan combine un plan factoriel complet ou fractionnaire avec un plan en étoile. Si les centres des deux plans coïncident, il est appelé plan central composite. La formule générale pour ce plan est r=2^k-p + 2k + n0, où :

- ✔ r est le nombre total d'expériences.
- ✔ k est le nombre de facteurs.
- ✔ p est un nombre entier qui réduit le plan.
- ✔ n0 est le nombre d'expériences effectuées au centre du plan.

Conclusion : :

La formation de mousse au cours de la production d'acide phosphorique représente un défi majeur pour l'industrie du phosphate, notamment au sein du groupe OCP. Cette problématique est étroitement liée à la composition physico-chimique du minerai, en particulier à sa teneur en matières organiques et en carbonates, qui favorisent la libération de CO_2 et la stabilisation des bulles de gaz. La maîtrise de ce phénomène est essentielle pour optimiser le rendement, la qualité du produit final et la durabilité des équipements. Les méthodes mécaniques, thermiques et surtout chimiques via l'emploi d'agents antimousse offrent des solutions complémentaires, bien que leur efficacité dépende fortement des conditions du procédé. L'utilisation de plans d'expériences s'avère cruciale pour comprendre les interactions entre les différents paramètres opératoires et sélectionner les meilleurs additifs et conditions de traitement. Ainsi, cette étude contribue à mieux cerner les mécanismes de moussage et ouvre la voie à une production plus contrôlée, efficiente et respectueuse des standards industriels.

II. Étude expérimentale :

1. Objectif :

Étudier l'effet de la teneur en matière organique (MO) et en carbonate sur la formation et la stabilité de la mousse lors de la production d'acide phosphorique par voie humide à partir de trois qualités différentes de phosphate marocain. Cette étude vise également à évaluer la capacité moussante de ces trois qualités de phosphate et à déterminer l'efficacité des agents antimousse les plus adaptés pour limiter ce phénomène au cours du procédé.

2. Test de moussage :

Pour réaliser le test de moussage, on introduit l'acide phosphorique et sulfurique et phosphorique dans éprouvette contenant un barreau aimanté, on met après le phosphate, puis on démarre le chronomètre. On suit ensuite l'évaluation de la hauteur de la mousse jusqu'à ce qu'elle stabilise.

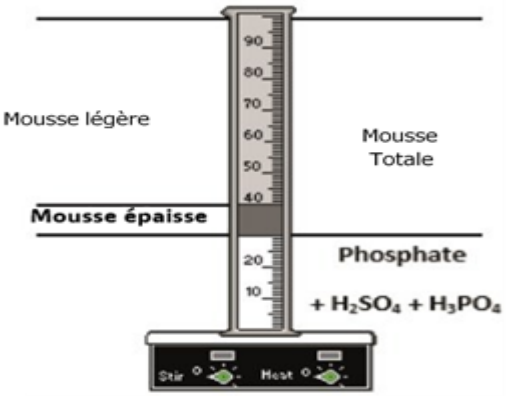


Figure 25: Test de moussage

3. Matériels et méthodes : Matériels :

a. Matières premières :

- 3 différentes qualités de phosphate marocain : G10, BG, PB.
- Acide sulfurique H_2SO_4 à 65%.
- Acide phosphorique H_3PO_4 (acide de routeur AR)

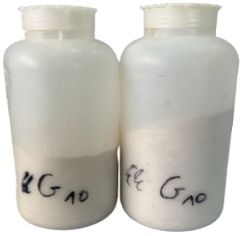


Figure 26: phosphate G10 *Figure 27: phosphate BG* *Figure 28: phosphate PB*

b. Préparation des échantillons :

- Broyage, homogénéisation et tamisage des échantillons de phosphate pour obtenir une taille de particule 400 µm.

Figure 29: Broyeur à mortier *Figure 30: Mortier et un pilon* *Figure 31 :Tamiseuse*

c. Préparation des acides :

Préparation de H_2SO_4 65% à partir de 98%

Établir l'équation :

M1 * C1 = M2 * C2

M1 * 0.98 = 2000 g * 0.65

M1 = (2000 g * 0.65) / 0.98

M1 ≈ 1326,53 g

Résumé des quantités :

-Acide Sulfurique concentré à 98% : **1326,53 g**

-Eau : 2000 g - 1326,53 g = **673,47 g**

Préparation de AR (d=1.160) à partir de APC 29% (d=1.320)

Établir l'équation :

M1 * C1 = M2 * C2

M1 * 1.32 = 2900 g * 1,16

M1 = (2900 g * 1,16) / 1,32

M1 ≈ 2548,48 g

Résumé des quantités :

-Acide de Retour à d=1,32 : **2548,48 g**

-Eau : 2900 g - 2548,48 g **= 351,51 g**

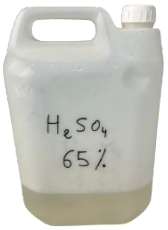


Figure 32: Acide sulfurique 98% *Figure 33: L'acide préparé H2SO4 65%*

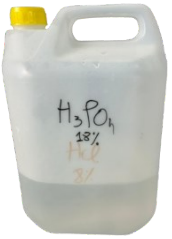


Figure 34: Acide phosphorique (AR) *Figure 35: L'acide préparé H3PO4 d=1.16*

4. Méthodologie des plans d'expériences :

Dans cette étude, une approche méthodologique en deux étapes est adoptée pour identifier les paramètres influençant la formation de mousse sur les trois types de phosphates **(PB, BG, G10)** lors de la fabrication d'acide phosphorique. Dans un premier temps, un **plan de criblage** est mis en œuvre afin d'évaluer l'effet principal de chaque variable indépendante sur les réponses mesurées, à savoir la hauteur initiale de la mousse (Hi), la hauteur finale (Hf) et la hauteur totale de mousse. Les variables étudiées incluent : la quantité de phosphate (5 g / 10 g), la vitesse d'agitation (250 rpm / 400 rpm), la quantité d'acide retour (AR : 0 / 21 / 42 mL), la quantité d'acide sulfurique H_2SO_4 (0 / 6 / 12 mL), et la température (25 / 60 / 80 °C). Le but du criblage est d'identifier les facteurs les plus significatifs dans la formation de mousse en limitant le nombre d'expériences, tout en maximisant l'information obtenue sur les effets principaux.

Tableau 7 : les Facteurs expérimentaux

Facteur	Nom	Nombre de Niveaux	Niveaux
X1	Phosphate	2	5g, 10g
X2	Agitation	2	250rpm, 400rpm
X3	AR	3	0 ml, 21ml, 42ml
X4	H_2SO_4	3	0 ml, 6ml, 12ml
X5	Température	3	25°C, 60°C, 80°C

Tableau 8 : Réponses mesurées

Réponse	Nom
Y1	Hauteur initi
Y2	Hauteur fina
Y3	Hauteur mou

Tableau 9: Le plan d'expériences criblage avec les niveaux codés et leurs correspondances réelles

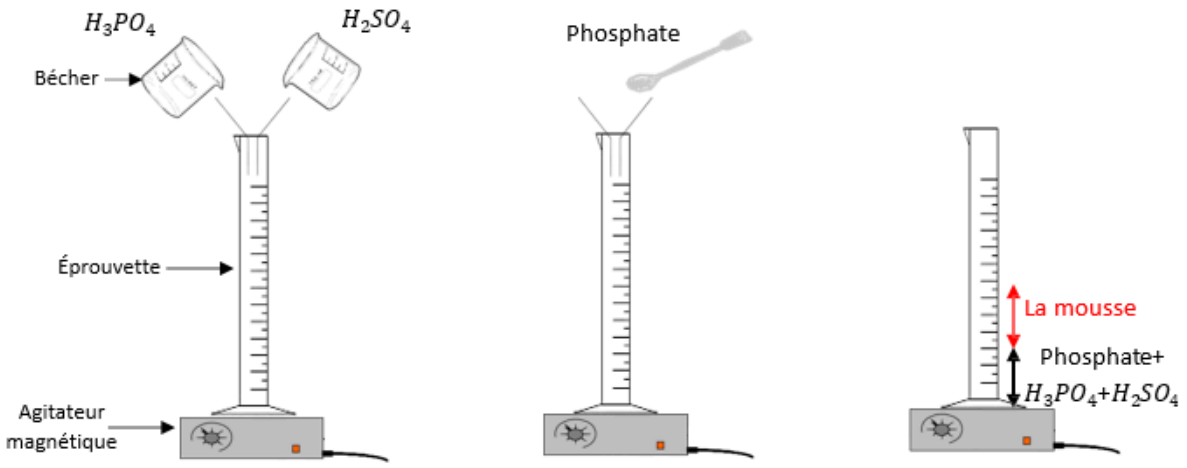
N°Exp	X1	X2	X3	X4	X5	Phosphate	Agitation	AR	H_2SO_4	Température
1	1	1	1	1	1	5	250	0	0	25
2	1	1	2	2	2	5	250	21	6	60
3	1	1	3	3	3	5	250	42	12	80
4	2	1	1	2	3	10	250	0	6	80
5	2	1	2	3	1	10	250	21	12	25
6	2	1	3	1	2	10	250	42	0	60
7	1	2	1	3	2	5	400	0	12	60
8	1	2	2	1	3	5	400	21	6	80
9	1	2	3	2	1	5	400	42	0	25
10	2	2	1	3	3	10	400	0	12	60

11	2	2	2	1	2	10	400	21	0	80
12	2	2	3	2	1	10	400	42	6	25

Sur la base des résultats du criblage, un **plan factoriel complet** est ensuite réalisé en se concentrant uniquement sur les facteurs les plus influents. Ce plan est appliqué uniquement à la qualité de phosphate, identifiée comme présentant l'effet moussant le plus prononcé. Le plan factoriel permet d'étudier de manière plus détaillée les interactions possibles entre les facteurs retenus, et de modéliser leur influence combinée sur la formation de mousse. Cette méthodologie structurée vise ainsi à optimiser les conditions opératoires tout en limitant les 18 essais expérimentaux nécessaires.

5. Schémas des modes opératoires des essais :

Dans l'éprouvette, graduée en « ml » et « cm », on introduit les prises d'essais de de l'acide sulfurique et de l'acide phosphorique (AR). On verse ensuite de phosphates. On laisse l'ensemble sous agitation pendant quelques minutes (selon la nature de la mousse générée par chaque échantillon) et on note le volume maximal de la mousse générée en « ml » et son équivalent en « cm » et ensuite sa dégradation en fonctions du temps jusqu'à sa stabilisation.



Etape 1 : On introduit d'acide phosphorique et d'acide sulfurique dans une éprouvette contenant un barreau aimanté.

Etape 2 : On met du phosphate sur les acides.

Etape 3 : Ensuite l'évolution de la hauteur de la mousse par rapport le temps jusqu'à ce qu'elle sa stabilise.

6. Cinétique de moussage :

Cette section est consacrée à l'étude de la cinétique de moussage de trois types de phosphates **(PB, BG, G10)**. Les courbes de hauteur en fonction du temps seront analysées sur 650 secondes, dans deux conditions : normale **(NOR)** et mauvaise **(BAD)**, pour permettre une comparaison entre les différents phosphates.

7. Application des antimousses :

Dans le cadre de l'application d'antimousses, nous allons tester 14 additifs à trois doses différentes (0,1 g, 0,3 g, 0,5 g) afin d'évaluer leur efficacité à désactiver la mousse. Les essais seront réalisés dans deux conditions expérimentales (NORM et BAD). Les courbes de hauteur en fonction du temps seront analysées sur une durée de 60 secondes pour déterminer quel est l'additif le plus efficace.

Tableau10 : Le nom d'Antimousse

N°	Le nom d'Antimousse
1	PARAPHINE
2	EROP AMB
3	FLO DEFOAM H41
4	QLELE 51
5	RU
6	KEROS
7	OIL VEGE
8	OIL MINR
9	HS016
10	APG 803
11	HSPG 2540
12	HSPG 8010
13	MLD 887
14	MLD 877

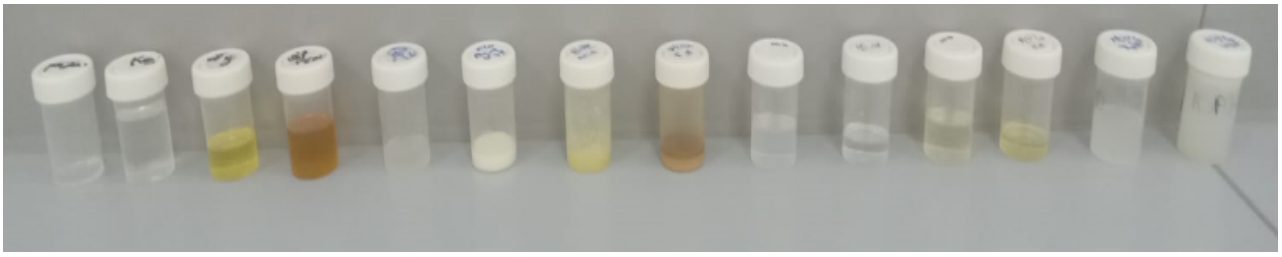
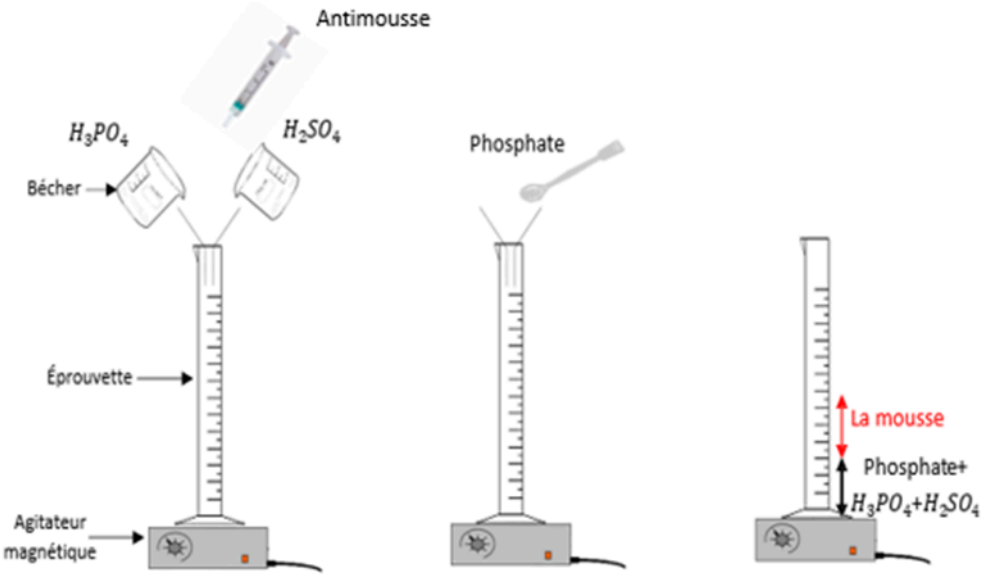


Figure 36: Les antimousses d'application



Etape 1 : On introduit d'acide phosphorique (AR) et d'acide sulfurique et l'antimousse dans une éprouvette contenant un barreau aimanté.

Etape 2 : On met du phosphate sur les acides.

Etape 3 : Ensuite l'évolution de la hauteur de la mousse par rapport le temps jusqu'à ce qu'elle sa stabilise.

III. Résultats et discussions :

1. Plan de Criblage des paramètres :

Dans la présente étude, on se propose d'étudier et cribler les paramètres influant la formation de mousse lors de la fabrication d'acide phosphorique. Les variables entrants sont : **Phosphate** : 5 g / 10 g ; **Agitation** : 250 rpm / 400 rpm ; **AR** : 0 / 21 / 42 mL ; **H_2SO_4** : 0 / 6 / 12 mL ; **Température** : 25 / 60 / 80 °C. Les variables de réponse définies sont : la hauteur initiale de la mousse Hi, la hauteur finale de la mousse Hf, et la **Hauteur de mousse (cm).**

l'interprétation du criblage de plan d'expérience de type Plackett-Burman réalisé pour évaluer les facteurs influençant la hauteur de mousse en utilisant 3 types du phosphate (**PB, BG ,G10**).

1.1. Le cas phosphate PB :

- Ce plan de criblage de type Plackett-Burman vise à identifier les facteurs les plus influents sur la hauteur de mousse.
- **R^2 = 0.874** le modèle explique 87.4 % de la variabilité **excellente qualité d'ajustement**
- **R^2 ajusté = 0.537**
- **Erreur-type = 0.944**
- **Degrés de liberté = 3**

- **Les coefficients montre que :**

- **b3A (AR)** : Coefficient = **–2,183**, t.exp = **–3,18**, **Significatif à 5%**

- **b1A (Phosphate)** : Coefficient = **–1,117**, t.exp = **–2,10**, **Significatif à 12,7%**

  - **AR** (acide routeur) est l'effet principal **le plus significatif** dans l'augmentation de la mousse.**Phosphate** a aussi un effet notable, mais moins fort.

- **D'après le diagramme de Pareto on constate que :**

❖ **Effets individuels** :

✔ **AR (b3A)** : 54,52 %

✔ **Phosphate (b1A)** : 23,77 %

✔ **H_2SO_4 (b4A)** : 14,69 %

❖ **Effets cumulés** :

AR + Phosphate + H_2SO_4 = **92,98 %** des effets cumulés.

✔ Cela confirme que l'**AR** est le **facteur dominant**, suivi du **phosphate** et de **H_2SO_4**.

❖ **Le plus grand delta d'effet est observé pour :**

- **b3/3-1 (AR)** = **2,183** cm
- Ce qui signifie que le passage de 0 à 42 mL d'AR augment la mousse d'environ **2,18 cm**.

❖ **Le Modèle mathématique final s'écrit :**

$$\textbf{Hauteur mousse (cm)}=b_0+b_{1A}X_{1A}+b_{2A}X_{2A}+b_{3A}X_{3A}+b_{4A}X_{4A}+b_{4B}X_{4B}+b_{5A}X_{5A}+b_{5B}X_{5B}$$

$$\textbf{HauteurMousse}=2{,}5083-1{,}1167\,X_{1A}-0{,}2833\,X_{2A}-2{,}1833\,X_{3A}+1{,}1333\,X_{4A}+0{,}1500\,X_{4B}-0{,}2500\,X_{5A}+0{,}2333\,X_{5B}$$

- **Avec les coefficients estimés :**

- b0=2,5083
- b1A=−1,1167; (phosphate niveau haut vs bas)
- b2A=−0,2833; (agitation niveau 400 rpm vs 250 rpm)
- b3A=−2,1833; (AR niveau élevé vs bas)
- b4A=+1,1333; (H_2SO_4 niveau moyen vs bas)
- b4B=+0,1500; (H_2SO_4 niveau élevé vs moyen)
- b5A=−0,2500; (température 60 °C vs 25 °C)
- b5B=+0,2333; (température 80 °C vs 60 °C)

- **Explication des variables**

- X_{1A}=+1 pour phosphate haut (10 g), −1pour bas (5 g)
- X_{2A}=+1 pour 400 rpm, −1pour 250 rpm
- X_{3A}=+1 pour AR élevé (42 mL), −1pour bas (0 mL)
- X_{4A}=+1 pour H_2SO_4 moyen (6 mL), −1 pour bas (0 mL)
- X_{4B}=+1 pour H_2SO_4 élevé (12 mL), −1 pour moyen (6 mL)
- X_{5A}=+1 pour 60 °C, −1 pour 25 °C
- X_{5B}=+1 pour 80 °C, −1 pour 60 °C

Interprétation

✔ L'**effet le plus marqué** est celui de l'**AR** (X_{3A}) : coefficient ≈ –2,18 (significatif, p ≤ 5 %).

✔ Vient ensuite le **phosphate** (X_{1A}) : coefficient –1,12 (p ≈ 12 %).

✔ Les autres variables (agitation, H_2SO_4, température) ont des effets **moins significatifs** et/ou plus faibles.

Le criblage PB montre clairement que l'acide de retour (AR) est le paramètre le plus influent dans la réduction de la hauteur de mousse, suivi du phosphate et dans une moindre mesure, du H_2SO_4. Les effets de l'agitation et de la température sont négligeables dans cette plage expérimentale. Ces résultats orientent les futures formulations vers un ajustement fin de la quantité d'AR, pour optimiser l'antimoussage tout en limitant les ajouts superflus.

Tableau 11: résultats des tests de moussage dans le cas du Phosphate PB

Plan d'expérimentation

N°Exp	Rand	phosphate	Agitation	AR	H2SO4	Temperature	Hauteur initai	Hauteur finale	Hauteur mous
		g	rpm	ml	ml	°C	cm	cm	cm
1		5	250	0	0	25	0	0	0
2		5	250	21	6	60	3.10	4.20	1.10
3		5	250	42	12	80	5.40	6.70	1.30
4		10	250	0	6	80	1.90	1.90	0
5		10	250	21	12	25	3.60	4.80	1.20
6		10	250	42	0	60	4.70	8.10	3.40
7		5	400	0	12	60	1.50	1.50	0
8		5	400	21	0	80	3.20	4.90	1.70
9		5	400	42	6	25	4.50	4.90	0.40
10		10	400	0	12	60	1.60	1.60	0
11		10	400	21	0	80	2.50	6.10	3.30
12		10	400	42	6	25	5.10	6.80	3.30

Tableau 12: Estimations et statistiques des coefficients dans le cas du Phosphate PB

Fermer

RTF

Ecart Type de la réponse	0.92210508
R2	0.874
R2A	0.537
R2 pred	N.D.
PRESS	45.1632
Nombre de degrés de liberté	3

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	2.5083333		0.8828484	2.84	6.6
b1A	-1.1166667	1.00	0.53237762	-2.10	12.7
b2A	-0.28333333	1.00	0.53237762	-0.53	63.1
b3A	-2.1833333	1.48	0.68729655	-3.18	5.0
b3B	-0.58333333	1.48	0.68729655	-0.85	45.8
b4A	1.1333333	1.48	0.68729655	1.65	19.8
b4B	0.15	1.48	0.68729655	0.22	84.1
b5A	-0.25	1.48	0.68729655	-0.36	74.0
b5B	0.23333333	1.48	0.68729655	0.34	75.7

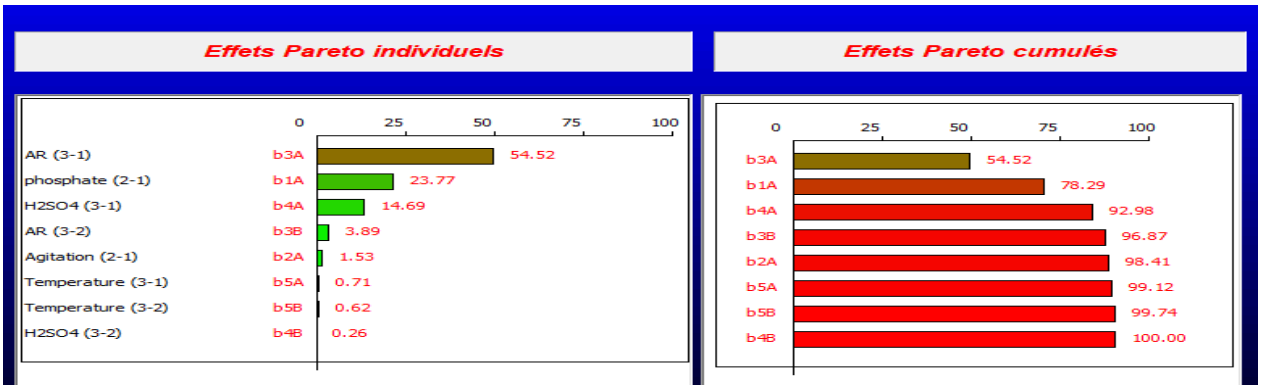


Figure 37: Effets pareto individuels et cumulés cas phosphate PB

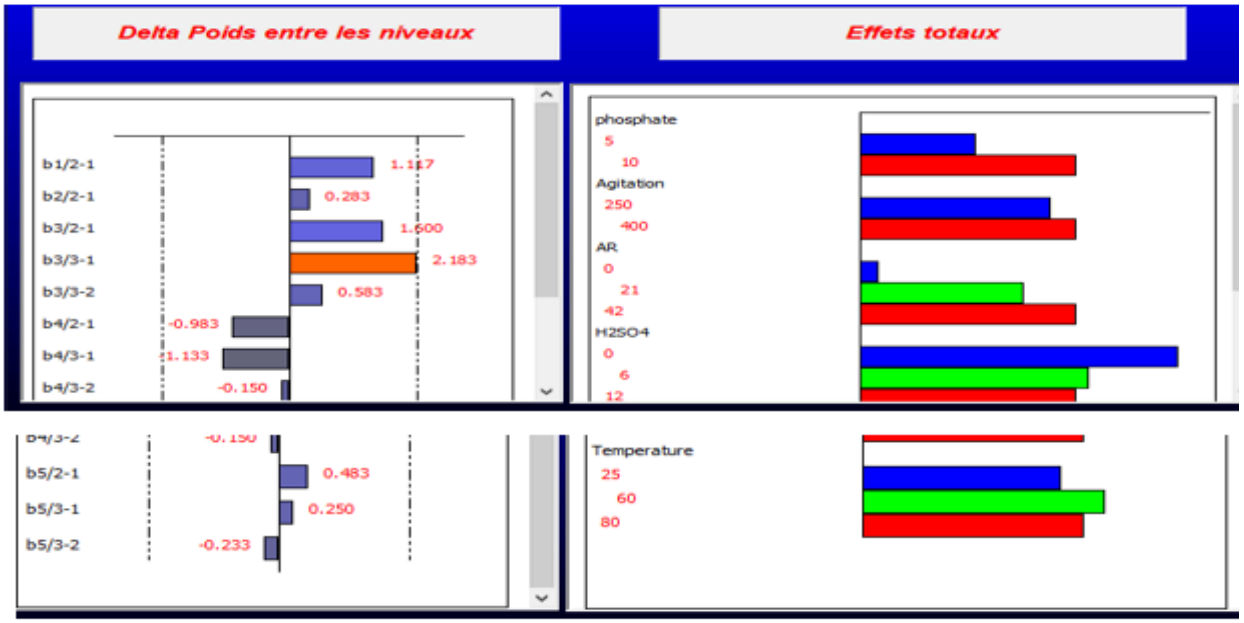


Figure 38: Delta poids entre les niveaux et effets totaux cas phosphate PB

1.1.Le cas de Phosphate BG:

Ce plan de criblage de type **Plackett-Burman** vise à **identifier les facteurs les plus**

influents sur la **hauteur de mousse** obtenue avec le **phosphate BG**, à travers 5 variables :

- **R^2 = 0.960** → le modèle explique 96 % de la variabilité → **excellente qualité d'ajustement**
- **R^2 ajusté = 0.855**
- **Erreur-type = 1.28**
- **Degrés de liberté = 3**

✅ Cela signifie que le modèle est robuste pour expliquer les variations de la mousse.

Terme	Coefficient	t exp	Significativité (%)	Interprétation
b_0	7.6917	6.02	4.55 %	Terme moyen
b_{1A} (Phosphate)	**–2.7333**	**3.69**	**3.46 %**	**Effet très significatif**
b_{3A} (AR)	**–5.3500**	**5.59**	**1.13 %**	**Effet dominant**
Autres termes (agitation, H_2SO_4, température) : non significatifs				

Le **phosphate** et l'**AR** sont les deux **facteurs clés** influençant la hauteur de mousse.

❖ Diagrammes de Pareto

- **Effets individuels :**

- **AR (b3A)** → 62.79 %
- **Phosphate (b1A)** → 27.31 %
- Ensemble = **90.10 % des effets cumulés**. Ce sont **les deux seuls effets significatifs**.

❖ Effets delta

Facteur	Variation entre niveaux	Effet
AR (b3/3–1)	de 0 → 42 mL	**6.05 cm** de mousse
Phosphate (b1/2–1)	de 5 → 10 g	**2.73 cm** de mousse

- L'augmentation d'**AR** et du **phosphate** permet une forte hauteur de mousse.

❖ Équation du modèle

Le modèle linéaire (avec valeurs codées –1/0/+1) s'écrit **: Y=7.6917−2.7333·X1−5.3500X3**

Avec :

- X1 : Phosphate
- X3 : AR

Les autres facteurs ont été exclus car **non significatifs**.

✔ L'**AR** est de loin le facteur le plus efficace pour **la formation de mousse**, avec un effet deux fois supérieur à celui du phosphate.

✔ Le **phosphate BG** présente une efficacité propre, contrairement au phosphate PB qui avait un effet plus modéré.

✔ Les autres facteurs (agitation, H_2SO_4, température) **n'ont pas d'effet statistiquement significatif** dans la plage testée.

❖ **Effets delta**

Facteur	Variation entre niveaux	Effet
AR (b3/3–1)	de 0 → 42 mL	**6.05 cm** de mousse
Phosphate (b1/2–1)	de 5 → 10 g	**2.73 cm** de mousse

- L'augmentation d'**AR** et du **phosphate** permet un forte la hauteur de mousse.

❖ **Équation du modèle**

Le modèle linéaire (avec valeurs codées –1/0/+1) s'écrit : **Y=7.6917−2.7333·X1−5.3500X3**

Avec :

- X1 : Phosphate
- X3 : AR

Les autres facteurs ont été exclus car **non significatifs**.

✔ L'**AR** est de loin le facteur le plus efficace pour **la formation de mousse**, avec un effet deux fois supérieur à celui du phosphate.

- ✔ Le **phosphate BG** présente une efficacité propre, contrairement au phosphate PB qui avait un effet plus modéré.
- ✔ Les autres facteurs (agitation, H_2SO_4, température) **n'ont pas d'effet statistiquement significatif** dans la plage testée.

Tableau 13 : résultats des tests de moussage dans le cas du Phosphate BG

Plan d'expérimentation

N°Exp	Rand	phosphate	Agitation	AR	H2SO4	Temperature	Hauteur inital	Hauteur finale	Hauteur mous
		g	rpm	ml	ml	°C	cm	cm	cm
1		5	250	0	0	25	0	0	0
2		5	250	21	6	60	2.90	6.80	3.90
3		5	250	42	12	80	5.40	8.90	3.50
4		10	250	0	6	80	2.10	2.10	0
5		10	250	21	12	25	3.50	11.20	7.70
6		10	250	42	0	60	4.70	13.20	8.50
7		5	400	0	12	60	1.70	1.70	0
8		5	400	21	0	80	3.30	7.90	4.60
9		5	400	42	6	25	5.20	7.40	2.20
10		10	400	0	12	60	3.50	3.50	0
11		10	400	21	0	80	2.40	10.90	8.50
12		10	400	42	6	25	5.30	11.20	5.90

Tableau 14: Estimations et statistiques des coefficients dans le cas du Phosphate BG

Estimations et statistiques des coefficients

Fermer

RTF

Ecart Type de la réponse	1.283658
R2	0.960
R2A	0.855
R2 pred	0.705
PRESS	36.768
Nombre de degrés de liberté	3

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	5.9333333		1.2290089	4.83	1.69 *
b1A	-2.7333333	1.00	0.74112027	-3.69	3.46 *
b2A	0.4	1.00	0.74112027	0.54	62.7
b3A	-5.35	1.48	0.95678216	-5.59	1.13 *
b3B	0.7	1.48	0.95678216	0.73	51.7
b4A	1.2833333	1.48	0.95678216	1.34	27.2
b4B	-1.0833333	1.48	0.95678216	-1.13	34.0
b5A	0.56666667	1.48	0.95678216	0.59	59.5
b5B	0.78333333	1.48	0.95678216	0.82	47.3

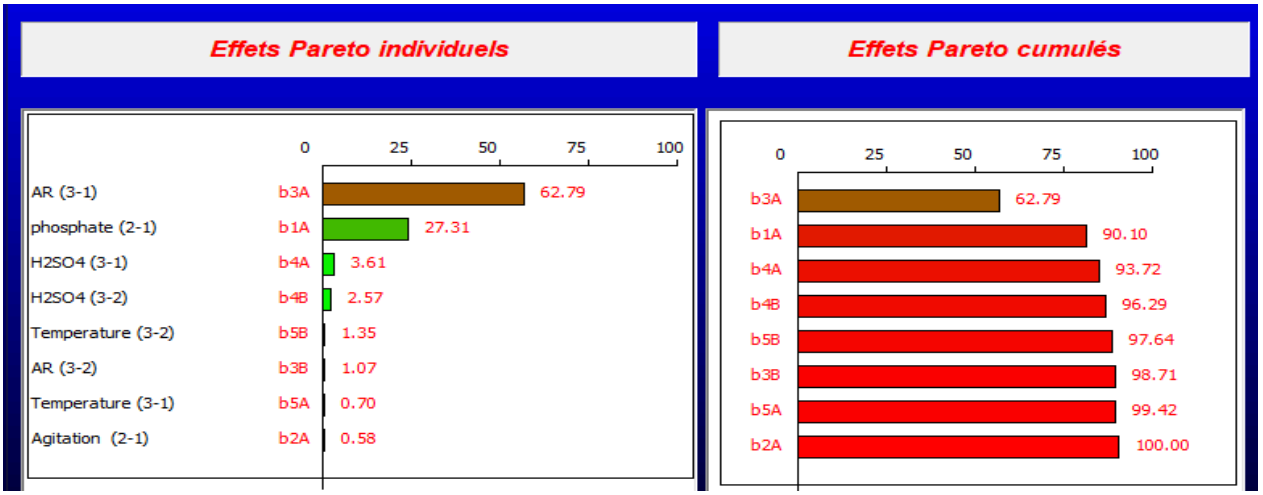


Figure 39: Effets pareto individuels et cumulés cas phosphate BG

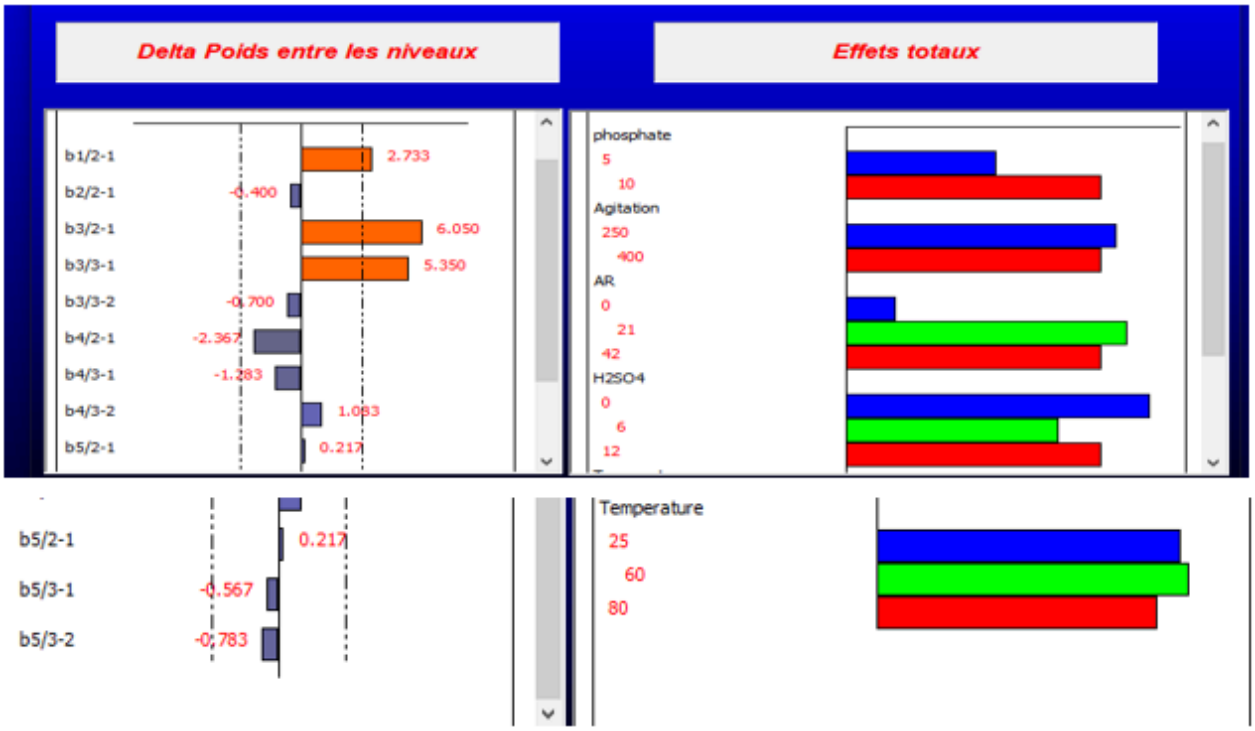


Figure 40: Delta poids entre les niveaux et effets totaux cas phosphate BG

1.1.Cas Phosphate G10 :

Le plan d'expérience type **Plackett-Burman** est appliqué ici pour **cribler les facteurs influençant la hauteur de mousse** en présence du **phosphate G10**. Les facteurs étudiés sont :

❖ **Résultats statistiques du modèle**

- **R^2 = 0.941** → très bon pouvoir explicatif du modèle.
- **R^2 ajusté = 0.784**
- **Erreur-type = 2.31**
- **Degrés de liberté = 3**

  - Cela signifie que les prédictions du modèle sont fiables dans la plage des conditions testées.

❖ **Analyse des coefficients**

Facteur	Coefficient	t.exp	Significativité (%)	Interprétation
b0	10.97	4.96	1.57 %	Moyenne du modèle
b1A (Phosphate)	–2.93	–2.20	11.5 %	**Effet modérément significatif**
b3A (AR)	–8.98	–5.22	1.37 %	**Effet très significatif**
Autres facteurs (agitation, H_2SO_4, température) : non significatifs				

❖ **Diagrammes de Pareto**

- **Effets individuels :**

- **AR (b3A)** : 66.78 %
- **Phosphate (b1A)** : 11.87 %
- **H_2SO_4 (b4A)** : 11.43 %
- Cumulé : 90.08 %
- **AR** est le facteur dominant, suivi du **phosphate**.

❖ **Effets delta**

Facteur	Variation entre niveaux	Effet sur la mousse
AR (b3/2–1)	0 à 42 mL	6.72 cm
Phosphate (b1/2–1)	5 à 10 g	2.93 cm

- L'augmentation d'**AR** et du **phosphate G10** entraîne une **forte de la hauteur de mousse**.

❖ **Équation du modèle**

Y=10.9667−2.9333·X1−8.9833·X3

Avec :

- Y = hauteur de mousse (cm)
- X1 = phosphate (codé : –1 = 5 g, +1 = 10 g)
- X3 = AR (codé : –1 = 0 mL, +1 = 42 mL)

Les autres variables sont négligées car non significatives.

✔ Le facteur le plus influent est **l'AR**, avec un effet significatif (près de 67 %).

✔ Le **phosphate G10** a également un effet notable sur la formation de mousse.

✔ Les autres paramètres (agitation, H_2SO_4, température) **n'ont pas d'effet significatif dans cette plage expérimentale**.

✔ La maximale de la mousse est atteinte avec **AR = 42 mL** et **phosphate G10 = 10 g**.

Tableau 15: résultats des tests de moussage dans le cas du Phosphate G10

Plan d'expérimentation

N°Exp	Rand	phosphate	agitation	AR	H2SO4	Temperature	hauteur initial	hauteur finale	hauteur mous
		g	rpm	ml	ml	°C	cm	cm	cm
1		5	250	0	0	25	0	0	0
2		5	250	21	6	60	2.90	6.20	3.30
3		5	250	42	12	80	5.50	11.10	5.60
4		10	250	0	6	80	2.40	2.40	0
5		10	250	21	12	25	3.20	10.20	7.00
6		10	250	42	0	60	4.50	18.40	13.90
7		5	400	0	12	60	1.50	3.80	2.20
8		5	400	21	0	80	2.70	11.90	9.20
9		5	400	42	6	25	4.80	11.20	6.40
10		10	400	0	12	60	3.60	3.60	0
11		10	400	21	0	80	2.90	15.60	12.70
12		10	400	42	6	25	5.10	15.90	10.70

21:57:24

Tableau 16: Estimations et statistiques des coefficients dans le cas du Phosphate G10

Estimations et statistiques des coefficients

Fermer

RTF

Ecart Type de la réponse	2.3077165
R2	0.941
R2A	0.784
R2 pred	N.D.
PRESS	327.9552
Nombre de degrés de liberté	3

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	10.966667		2.2094704	4.96	1.57 *
b1A	-2.9333333	1.00	1.3323608	-2.20	11.5
b2A	-1.9	1.00	1.3323608	-1.43	24.9
b3A	-8.9833333	1.48	1.7200703	-5.22	1.37 *
b3B	-2.2666667	1.48	1.7200703	-1.32	27.9
b4A	3.7166667	1.48	1.7200703	2.16	11.9
b4B	-0.61666667	1.48	1.7200703	-0.36	74.4
b5A	-0.33333333	1.48	1.7200703	-0.19	85.9
b5B	0.58333333	1.48	1.7200703	0.34	75.7

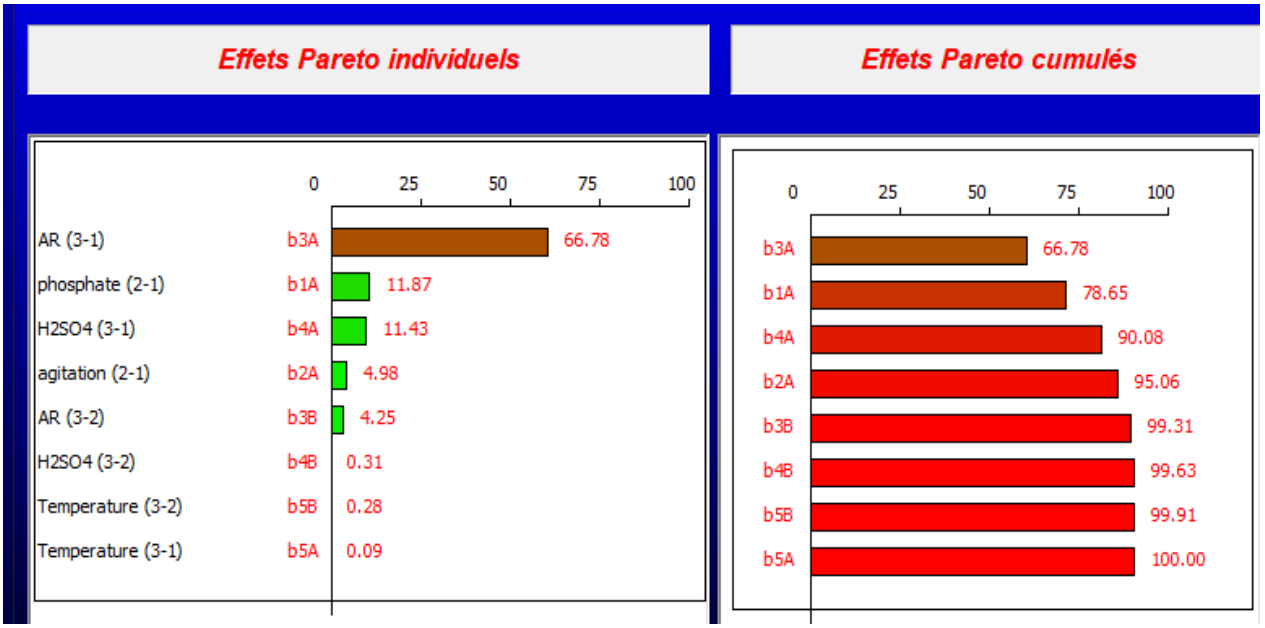


Figure 41: Effets pareto individuels et cumulés cas phosphate G10

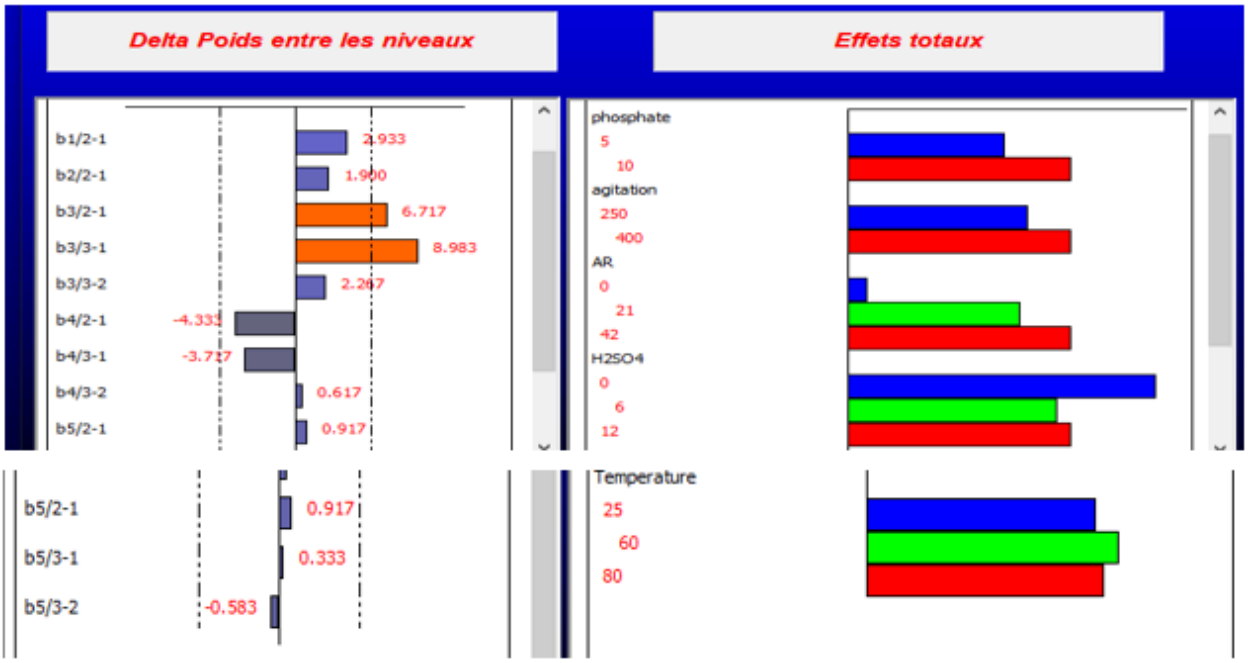


Figure 42: Delta poids entre les niveaux et effets totaux cas phosphate G10

Conclusion

Le criblage effectué sur les différents types de phosphate met en évidence que l'acide de retour (AR) est le paramètre le plus déterminant dans l'augmentation de la formation de mousse, avec un effet estimé à près de 67 %, soit deux fois plus important que celui du phosphate. Le phosphate G10 présente également un effet significatif, tandis que le

phosphate BG montre une efficacité propre, contrairement au phosphate PB dont l'impact reste modéré. En revanche, les autres paramètres tels que l'agitation, la température et la quantité de H_2SO_4 ne présentent aucun effet notable dans la plage expérimentale étudiée. La hauteur maximale de mousse est observée avec une combinaison de 42 mL d'AR et 10 g de phosphate G10. Ces résultats orientent vers une formulation optimisée en maximisant l'AR et en privilégiant le phosphate G10, tout en respectant les contraintes techniques et économiques.

2. Plan factorial G10 :

D'après les résultats précédents du plan de criblage, on va se restreindre dans le plan factoriel sur la qualité de phosphate G10 présentant l'effet moussant le plus important, ainsi que sur les 3 paramètres jugés comme les plus influents à savoir : la quantité d'AR, la quantité de phosphate et la quantité d'H2SO4.

Le tableau suivant récapitule les différents résultats des 18 essais entrepris dans le cadre du plan factorial.

Tableau 17: Les résultats des essais entrepris dans le cadre du plan factorial.

N°exp	phosphate	AR	H2SO4	Hi	Hf	H mousse
1	5	0	0	0	0	0
2	10	0	0	0	0	0
3	5	21	0	2,6	8,8	6,2
4	10	21	0	2,9	15,2	12,3
5	5	42	0	4,6	13,6	9
6	10	42	0	4,8	17,6	12,8
7	5	0	6	2,8	2,8	0
8	10	0	6	2,4	2,4	0
9	5	21	6	2,9	11,2	8,3
10	10	21	6	3,1	15,6	12,5
11	5	42	6	4,9	13,2	8,3
12	10	42	6	5,2	20,5	15,3
13	5	0	12	3,3	3,3	0
14	10	0	12	3,7	3,7	0

15	5	21	12	3,6	11,3	7,7
16	10	21	12	4,8	19,8	15
17	5	42	12	5,4	17,6	12,2
18	10	42	12	6,1	23,2	17,1

Tableau 18: Estimation et statistique de tous les effets plan factoriel

Estimations et statistiques de tous les effets

Ecart Type de la réponse	1.0774198
R2	0.993
R2A	0.970
R2 pred	0.855
PRESS	94.0275
Nombre de degrés de liberté	4

Nom	Effet	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
Cste	7.5944444		0.25396027	-29.91	< 0.01 ***
A1	-1.85		0.25396027	7.28	0.189 **
A2	1.85		0.25396027	-7.28	0.189 **
B1	-7.5944444		0.35913992	21.15	< 0.01 ***
B2	2.7388889		0.35913992	-7.63	0.159 **
B3	4.8555556		0.35913992	-13.52	0.0173 ***
C1	-0.87777778		0.35913992	2.44	7.1
C2	-0.19444444		0.35913992	0.54	61.7
C3	1.0722222		0.35913992	-2.99	4.05 *
A1-B1	1.85		0.35913992	-5.15	0.674 **
A1-B2	-1.0833333		0.35913992	3.02	3.93 *
A1-B3	-0.76666667		0.35913992	2.13	10.0
A2-B1	-1.85		0.35913992	5.15	0.674 **
A2-B2	1.0833333		0.35913992	-3.02	3.93 *
A2-B3	0.76666667		0.35913992	-2.13	10.0
A1-C1	0.2		0.35913992	-0.56	60.7
A1-C2	-0.016666667		0.35913992	0.05	96.5
A1-C3	-0.18333333		0.35913992	0.51	63.7
A2-C1	-0.2		0.35913992	0.56	60.7
A2-C2	0.016666667		0.35913992	-0.05	96.5
A2-C3	0.18333333		0.35913992	-0.51	63.7
B1-C1	0.87777778		0.50790054	-1.73	15.9
B1-C2	0.19444444		0.50790054	-0.38	72.1
B1-C3	-1.0722222		0.50790054	2.11	10.2
B2-C1	-0.20555556		0.50790054	0.40	70.6
B2-C2	0.26111111		0.50790054	-0.51	63.4
B2-C3	-0.055555556		0.50790054	0.11	91.8
B3-C1	-0.67222222		0.50790054	1.32	25.6
B3-C2	-0.45555556		0.50790054	0.90	42.0
B3-C3	1.1277778		0.50790054	-2.22	9.1

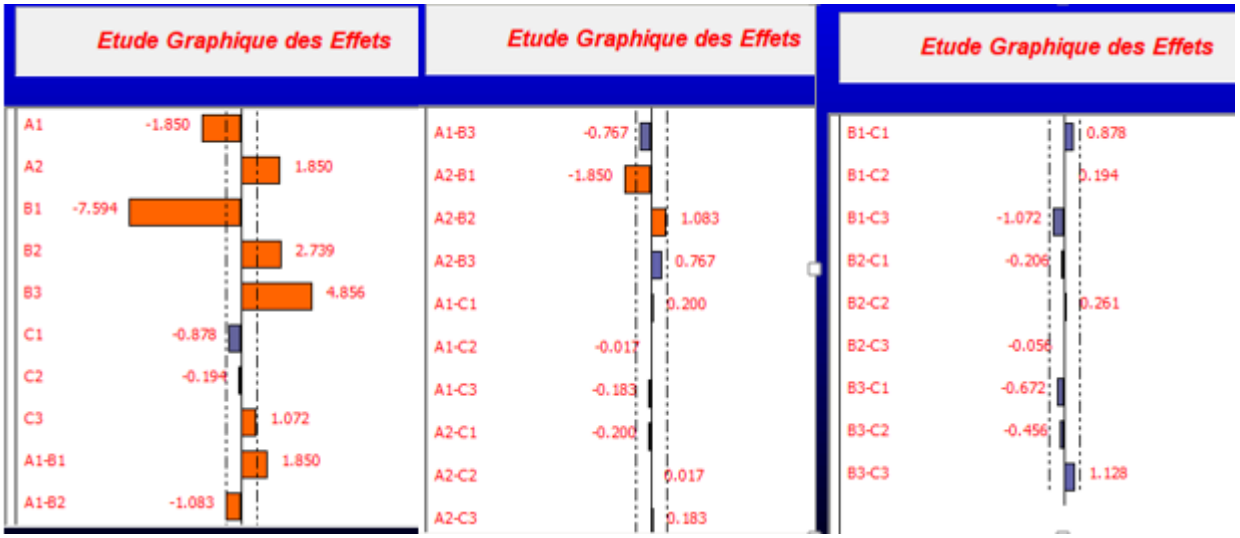


Figure 43: Etude graphique des effets plan factoriel

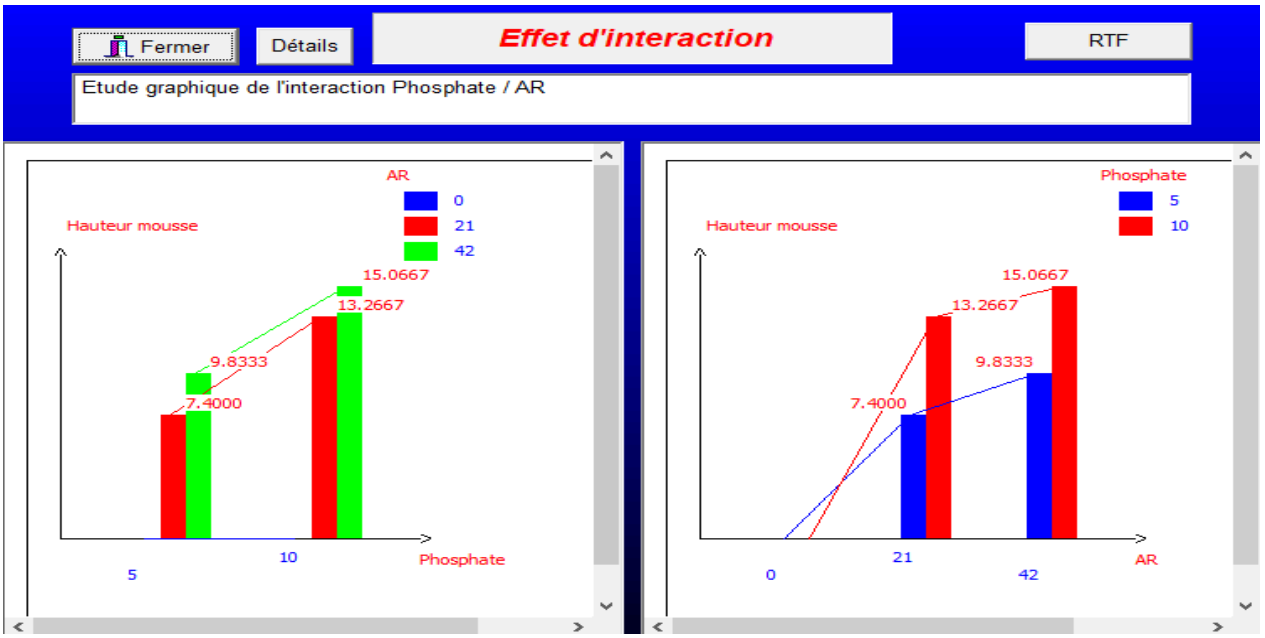


Figure 44: Etude graphique de l'interaction des phosphate/AR

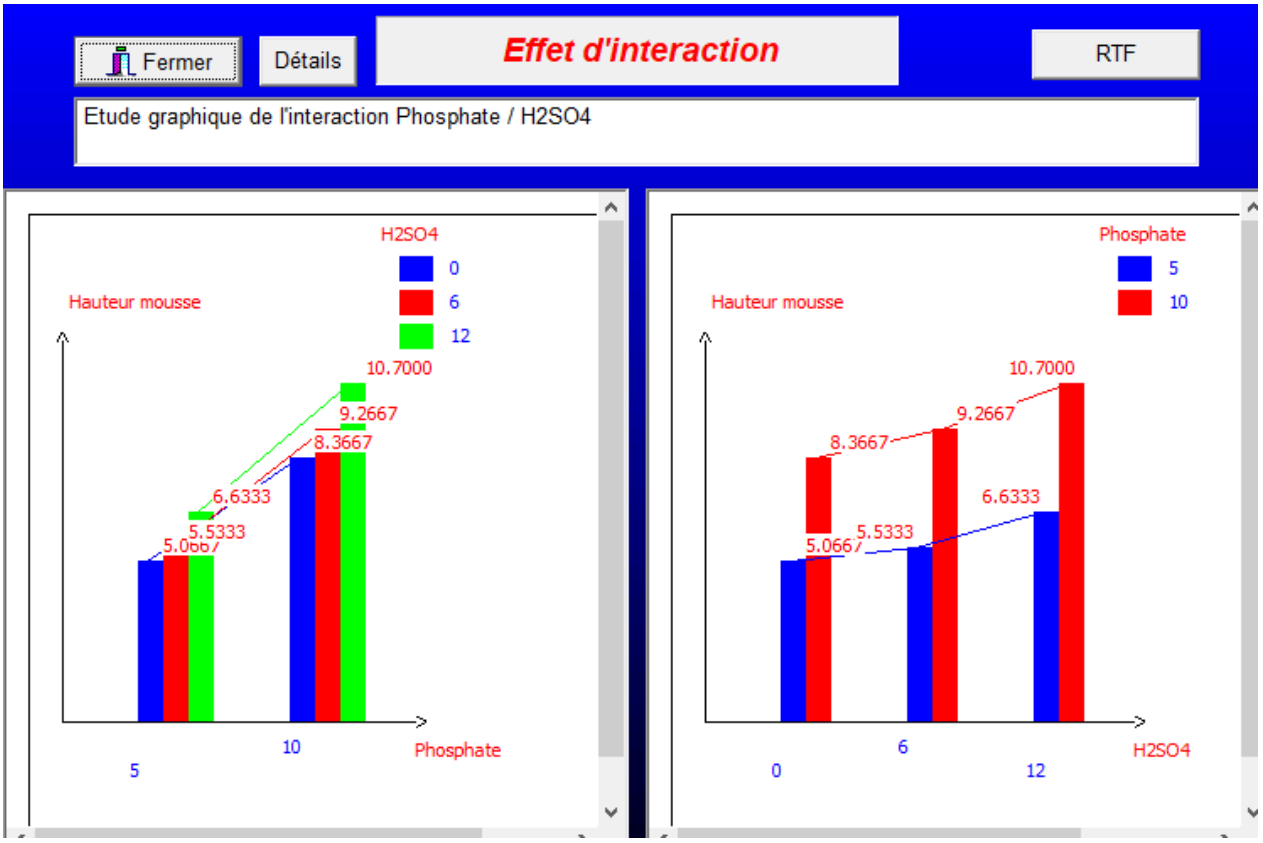


Figure 45: Etude graphique de l'interaction phosphate/H2SO4

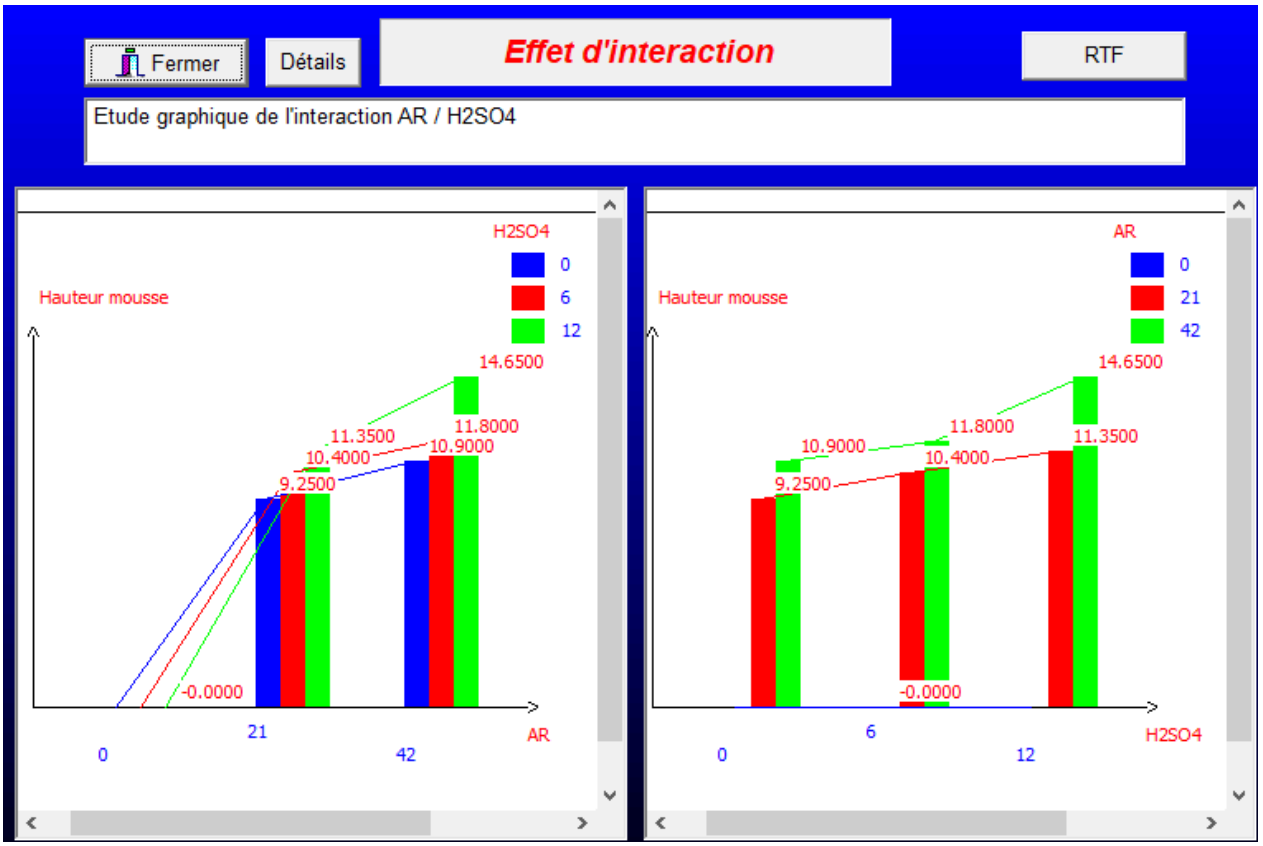


Figure 46: Etude graphique de l'interaction AR/H2SO4

2.1.Interprétation du plan factoriel pour le phosphate G10 :

Un plan factoriel complet a été mis en œuvre pour étudier les effets de trois facteurs principaux sur le comportement moussant du **phosphate G10**, identifié comme le plus moussant lors du criblage préalable. Les facteurs analysés sont :

- **A** : la quantité de phosphate,
- **B** : la quantité d'acide retour (AR),
- **C** : la quantité d'acide sulfurique (H_2SO_4).

a. Qualité du modèle statistique :

✔ **R^2 = 0.993** le modèle explique 99,3 % de la variabilité de la réponse.

✔ **R^2 ajusté = 0.970**, ce qui confirme un ajustement très fiable.

✔ L'écart-type de la réponse est très faible : **1.077**, indiquant une précision importante.

Cela confirme que les données expérimentales sont bien modélisées par l'équation obtenue.

b. Équation du modèle en notation codée :

Le modèle de régression prenant en compte les effets principaux et certaines interactions s'écrit comme suit :

$$Y= 7.594+1.85A_2-7.594B_1+2.739B_2+4.856B_3-0.878C_1-0.194C_2+1.072C_3+1.85A_1B_1-1.083A_1B_2-0.767A_1B_3+1.083A_2B_2+0.767A_2B_3+0.877B_1C_1+1.072B_1C_3+1.128B_3C_3+ \text{(autres interactions non significatives).}$$

Remarque : les niveaux sont codés, par exemple A_1/A_2 sont les différents niveaux de phosphate.

c. Analyse des effets :

- **Facteur B (AR)** est **le plus influent**, notamment le niveau B_1 qui réduit fortement la hauteur de mousse.
- **Facteur A (phosphate)** montre également un effet significatif à certains niveaux.
- **Facteur C (H_2SO_4)** a un effet direct moins marqué mais joue un rôle important en interaction avec B.

- Les **interactions significatives** identifiées (A_1B_1, A_2B_2, B_1C_1, B_3C_3…) soulignent l'importance des combinaisons spécifiques dans la formation de mousse.

Une **interprétation claire et synthétique** des effets d'interaction entre les facteurs **Phosphate**, **AR** et **H_2SO_4** sur la **hauteur de mousse**, basée sur les 3 graphiques présentés :

✔ **Interaction Phosphate / AR**

- **Effet du phosphate** :
  La hauteur de mousse augmente avec la concentration en phosphate (**5 ;10 g**), ce qui confirme que le phosphate favorise la formation de mousse.
- **Effet de l'AR (Acide Retour)** :
  À **10 g de phosphate**, la mousse est maximale avec **42ml d'AR** (**15.07 cm**) .
- **Interaction significative** :
  La pente entre les deux concentrations de phosphate varie selon la dose d'AR, ce qui montre **une interaction entre AR et phosphate** : l'effet du phosphate dépend de la quantité d'AR présente.

✔ **Interaction Phosphate / H_2SO_4**

- **Effet d'H_2SO_4** :
  Plus la concentration en acide sulfurique augmente (**0 →12 ml**), plus la mousse augmente **(ex : 10,7 cm à 12 ml et 10 g de phosphate)**.
- **Effet du phosphate** :
  Confirmé encore ici : plus de phosphate = plus de mousse, mais son impact est **amplifié** en présence de H_2SO_4.
- **Interaction** :
  Les lignes ne sont pas parallèles → **forte interaction** : **l'effet du phosphate est renforcé en présence d'H_2SO_4**.

✔ **Interaction AR / H_2SO_4**

- **Effet de l'AR** :
  L'ajout d'AR (**0 → 42 ml**) **augmente la hauteur de mousse**, surtout à **12 ml de H_2SO_4**, atteignant jusqu'à **14,65 cm**.

- **Effet de H_2SO_4** :
  Sans AR, H_2SO_4 seul n'a pas d'effet visible (mousse = 0). Mais **en présence d'AR**, plus il y a de H_2SO_4, plus la mousse augmente.
- **Interaction nette** :
  Très claire ici : **l'effet de H_2SO_4 dépend fortement de la quantité d'AR** → présence d'une **interaction synergique positive**.

Ce plan factoriel permet d'identifier clairement les paramètres à ajuster pour **augment l'effet moussant** du phosphate G10 :

✔ **La quantité d'AR**, surtout éviter le niveau B_1.

✔ **Choisir une concentration moyenne de phosphate**, évitant les extrêmes.

✔ **Surveiller les combinaisons avec H_2SO_4**, en particulier lorsque **AR** est à haut niveau.

✔ **Phosphate** a un effet moussant clair, renforcé par **AR**.

Ce modèle peut ainsi être utilisé pour orienter **l'optimisation industrielle** des formulations, en minimisant les phénomènes indésirables de moussage.

Conclusion :

Le plan factoriel réalisé sur le phosphate G10 a permis de modéliser avec précision les effets de la quantité de phosphate, d'acide de retour (AR) et d'acide sulfurique (H_2SO_4) sur la formation de mousse, avec un modèle statistique robuste ($R^2 = 0,993$). L'AR apparaît comme le facteur le plus influent, avec un effet significatif sur la formation de mousse, notamment à bas niveau (B_1), suivi du phosphate, dont l'augmentation favorise la mousse, et du H_2SO_4, qui présente un effet direct modéré mais des interactions marquées avec les autres facteurs. Les interactions les plus significatives révèlent que la combinaison AR + H_2SO_4 entraîne une forte augmentation de mousse, tout comme l'association phosphate + H_2SO_4. L'effet du phosphate dépend également de la quantité d'AR, mettant en évidence une interaction croisée. Ces résultats soulignent l'importance d'un dosage maîtrisé, en évitant les extrêmes, notamment pour le phosphate et le H_2SO_4 lorsque l'AR est élevé, afin de limiter le moussage dans les formulations industrielles.

3. Cinétique de moussage :

Dans cette partie, nous allons étudier la cinétique de moussage des différents types de phosphates dans deux conditions : normale (NOR) (5 g de phosphate, 21 ml d'AR, 6 ml de H_2SO_4, 250 rpm, 80 °C) et mauvaises (BAD) (10 g de phosphate, 42 ml d'AR, 250 rpm, 80 °C).

III.1. Le cas mauvais (BAD) :

Tableau 19: La cinétique de moussage des différents types de phosphates mauvais (BAD)

Temps en s	G10 BAD	BG BAD	PB BAD
0	5,1	4,7	4,6
2	9,2	7,2	5,6
4	13,2	10,8	6,2
8	14,6	11,7	6,9
10	15,9	13,3	7,3
12	16,3	12,6	7,4
14	16,9	11,8	7,4
16	17,2	11,4	7,4
18	17,6	10,6	7,2
20	17,8	9,7	7,2
30	18,1	9,4	6,8
40	18,3	8,8	6,2
50	19,2	7,5	5,6
60	19,4	6,7	5,4
70	19,3	5,3	5,2
80	19,2	4,8	5,1
90	19	4,8	5
100	18,7	4,6	5
150	18,4	4,6	5
200	16,3	4,6	5
250	11,7	4,6	4,9
300	9,8	4,6	4,9
350	8,3	4,6	4,8
400	7,5	4,6	4,8
450	6,4	4,6	4,7
500	4,6	4,6	4,7
550	4,6	4,6	4,6
600	4,6	4,6	4,6
650	4,6	4,6	4,6

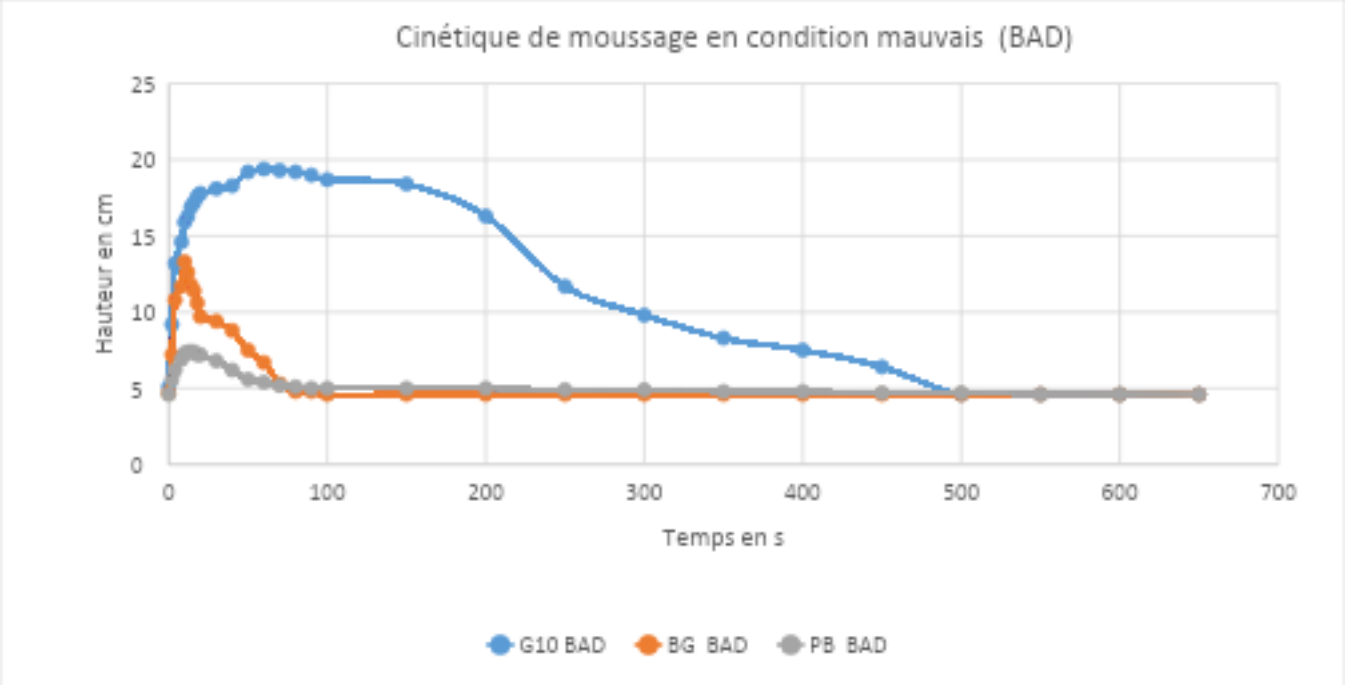


Figure 47:Cinétique de moussage en condition mauvais (BAD)

Intérpretation :

✔ **G10 BAD**

- **Phase de croissance rapide :** La hauteur de mousse augmente rapidement et atteint un **maximum d'environ 20 cm** vers **80 secondes**.
- **Stabilisation temporaire :** La mousse reste stable pendant un certain temps (~100 s).
- **Déclin progressif :** Ensuite, elle diminue graduellement pour atteindre **5 cm vers 500 s**. Ce phosphate montre une bonne capacité de formation de mousse et une stabilité modérée.

✔ **BG BAD**

- **Croissance plus faible :** La hauteur maximale de mousse est d'environ **11 cm** atteinte vers **30-40s**.
- **Déclin rapide :** La mousse diminue rapidement et se stabilise autour de **5 cm dès 100 s**. Ce phosphate moins performant que G10, mousse moins abondante et moins stable. **PG**

✔ **PB BAD**

- **Très faible moussage :** La mousse atteint à peine **6 cm**, sans réel pic de croissance.
- **Stabilité plate :** Aucune évolution significative, reste constant autour de 5-6 cm. Ce phosphate a une **très faible aptitude au moussage** dans ces conditions

Résumé : G10 est le plus performant en mauvaise condition, tant en hauteur qu'en durée de la mousse.**BG** forme une mousse plus faible et instable.**PG** ne mousse presque pas.

III.2. Le cas normale (NORM) :

Tableau 20: La cinétique de moussage des différents types des phosphates normale(NORM)

temps en s	G10 normal	BG normal	PB normal
0	3,2	2,9	2,6
2	4,1	5,8	2,8
4	5,2	7,2	3,1
8	5,9	8,1	3,5
10	6,7	8,9	3,8
12	7,2	9,3	4,1
14	7,6	7,9	4,2
16	8,1	7,1	4,2
18	8,4	6,8	4,4
20	8,8	7,6	4,4
30	9,2	7,2	4,7
40	9,4	5,3	4,7
50	10,3	7,1	4,7
60	10,7	7,8	3,2
70	11,1	6,4	3,2
80	11,1	7,2	3,1
90	11,2	7,4	2,9
100	11,5	7,4	2,9
150	11,9	6,9	2,9
200	9,2	6,7	2,9
250	8,4	6,6	2,9
300	7,3	6,2	2,9
350	6,8	5,8	2,9
400	5,7	5,1	2,9
450	5,1	4,9	2,9
500	4,9	4,1	2,9
550	4,2	3,8	2,9
600	3,8	3,4	2,9
650	3,3	3,2	2,9

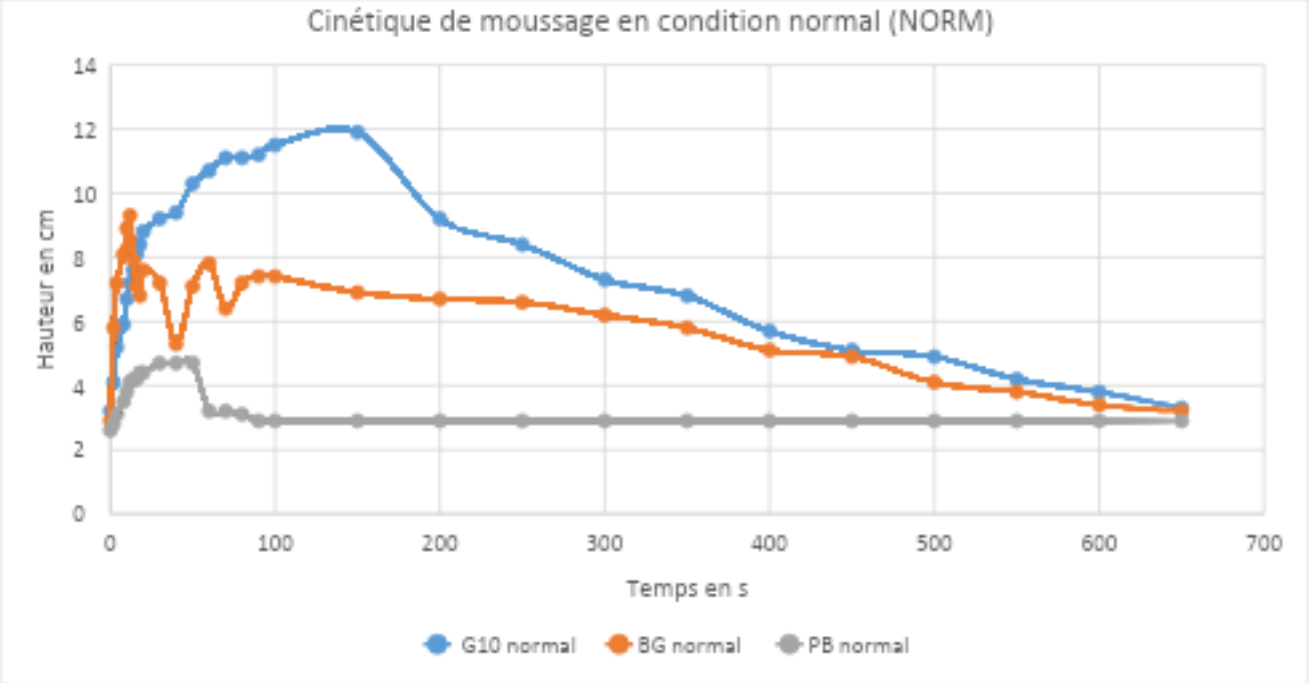


Figure 48: Cinétique de moussage en condition normal (NORM)

✔ **G10 normal**

- **Croissance rapide de la mousse** jusqu'à un **pic de ~12 cm vers 120 s**.
- Ensuite, la hauteur **diminue progressivement** jusqu'à atteindre environ **3 cm à 600 s**.
- **G10** a la meilleure capacité de moussage en conditions normales, mais la mousse se dégrade progressivement.

✔ **BG normal**

- **Montée plus modérée**, avec un maximum de **~8 cm atteint entre 50 et 100 s**.
- La mousse reste **plus stable que G10** sur une durée prolongée, descendant lentement vers **3 cm à 600 s**. Moins de mousse que G10, mais **meilleure stabilité relative** dans le temps.

✔ **PB normal**

- **Très faible formation de mousse**, atteignant **~4 cm au maximum** vers 40 s.

- **Très peu d'évolution** par la suite, la courbe reste **quasiplate** autour de **2.5 à 3 cm**.Très faible activité moussante, mousse quasi inexistante.

III.3. Comparaison avec conditions :

- En conditions **normales**, les trois types de phosphate moussent **moins en hauteur** mais sont souvent **plus stables** que sous conditions mauvaises.
- **G10** reste le meilleur dans les deux cas, mais le pic de mousse est **plus bas** en condition normale.
- **BG** semble **plus régulier** ici, montrant une stabilité améliorée.
- **PB/PG** a une faible performance dans les deux conditions.

Conclusion :

Les courbes de la cinétique de moussage en conditions normales et mauvaises montrent clairement l'influence du type de phosphate et des paramètres opératoires sur la formation et la stabilité de la mousse. En condition mauvaise (10 g de phosphate, 42 ml AR), le phosphate **G10** présente la meilleure capacité de moussage, atteignant une hauteur maximale de 20 cm, suivie d'une décroissance progressive jusqu'à 5 cm vers 500 secondes. Le phosphate **BG** montre une mousse plus faible (maximum ~11 cm) et moins stable, tandis que **PG** n'atteint que ~6 cm et reste quasiment constant, indiquant une très faible aptitude au moussage. En condition normale (5 g de phosphate, 21 ml AR, 6 ml H_2SO_4), la hauteur de mousse est globalement plus faible mais plus stable dans le temps. **G10** reste le plus performant, atteignant environ 12 cm vers 120 secondes avant de décroître lentement. **BG** produit une mousse plus stable que sous condition mauvaise, avec un maximum de 8 cm. **PB**, comme PG, montre une très faible hauteur de mousse, avec peu d'évolution, indiquant une faible réactivité moussante. Globalement, G10 est le phosphate le plus favorable à la formation de mousse, tandis que PG/PB sont les moins efficaces. Les conditions opératoires influencent significativement la cinétique, avec des pics plus élevés mais moins stables en conditions mauvaises, et des mousses plus durables mais moins abondantes en conditions normales.

4. Application des antimousses :

Dans le cadre de l'application d'antimousses, nous allons tester l'ajout d'additifs à trois doses différentes (0,1 g, 0,3 g, 0,5 g) afin de désactiver l'effet antimoussant, dans deux conditions expérimentales **:**

- **NORM** : 5 g de phosphate, 21 ml d'AR, 6 ml de H_2SO_4, agitation à 250 rpm, température de 80 °C
- **BAD** : 10 g de phosphate, 42 ml d'AR, agitation à 250 rpm, température de 80 °C

4.1.La condition normal (NORM):

- **Le cas dose 0.1g :**

Tableau 21:Tests des antimousses condition normal dose 0.1g

Temps en s	PARAPHINE	EROP AMB	FLO DEFOAM H41	QLELE 51	RU	KEROS	OIL VEGE	OIL MINR
0	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
1	6,9	4,8	5,9	5,4	7,4	5,9	5,1	5,2
2	7,8	6,7	7,3	5,1	8,9	7,1	7	6,9
3	7,6	7,4	8,1	5	9,2	6,9	7,6	7,4
4	5,4	7,2	8,6	4,9	9	6,2	6,8	7,6
5	3,7	7	9,1	4,6	7,3	5,7	5	7
6	3,3	6,8	9,2	4,2	5,8	5,3	4,7	6,9
7	3,1	6,1	9,3	3,8	4,7	5	4,5	6,7
8	3	5,7	9,6	3,5	4,2	4,8	4,2	6,3
9	2,9	5,3	9,9	3,2	3,6	4,2	3,9	5,6
10	2,8	4,2	10	3,1	3,2	3,8	3,7	4,2
12	2,8	3,8	10,2	3	3,1	3,6	3,5	3,4
14	2,8	3,7	10,4	3	2,9	3,5	3,4	3,2
16	2,8	3,2	10,6	3	2,9	3,2	3,2	3,1
18	2,8	3	10,7	2,9	2,9	3,1	3	3
20	2,8	2,9	10,8	2,9	2,9	3,1	2,9	2,9
22	2,8	2,9	10,8	2,8	2,9	3	2,9	2,9
24	2,8	2,9	10,8	2,8	2,9	3	2,8	2,9
26	2,8	2,9	10,9	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8
28	2,8	2,9	10,9	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8
30	2,8	2,9	10,9	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8
35	2,8	2,8	11	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
40	2,8	2,8	11	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
45	2,8	2,8	11	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
50	2,8	2,8	11	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
55	2,8	2,8	10,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
60	2,8	2,8	10,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8

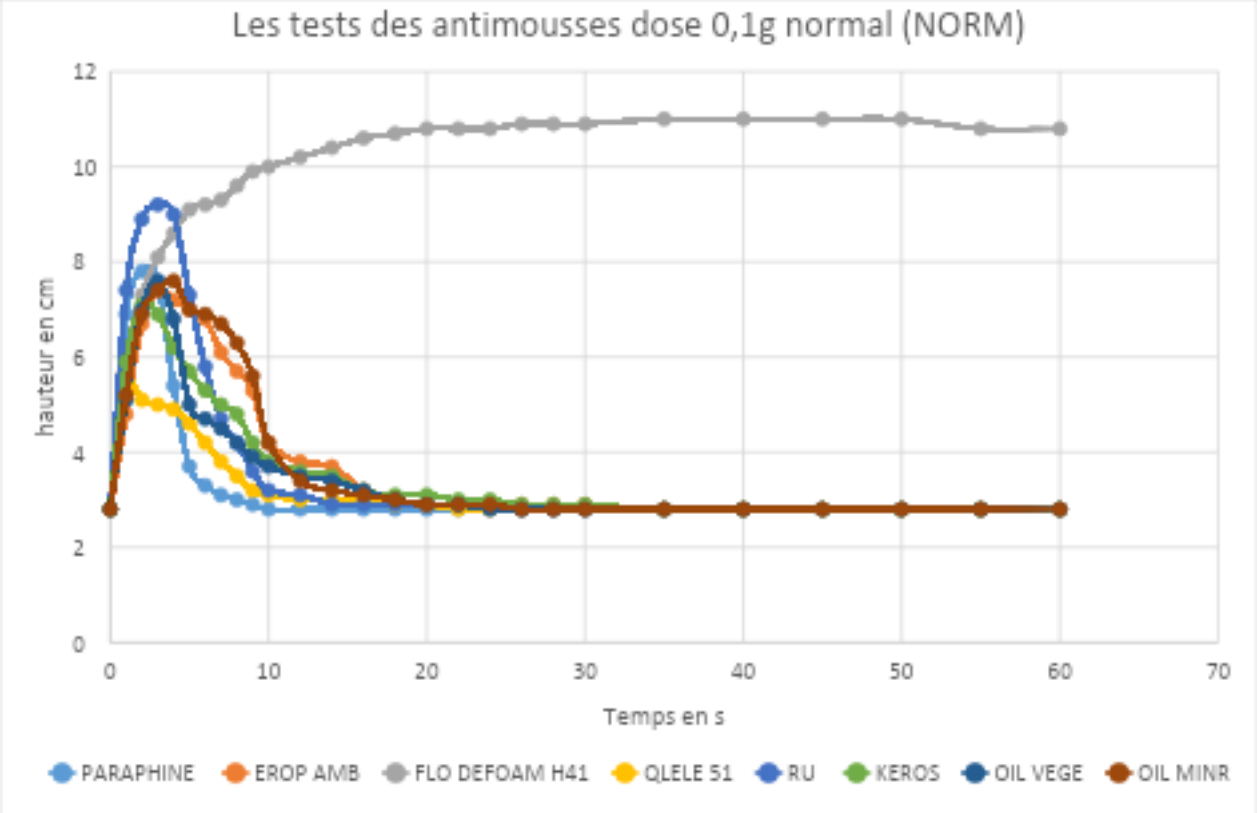


Figure 49: Les courbes des tests antimousses dose 0.1g condition normal

- **Le cas dose 0.3g :**

Tableau 22 :Tests des antimousses condition normal dose 0.3g

temps en s	PARAPHINE	EROP AMB	FLO DEFOAM H41	QLELE 51	RU	KEROS	OIL VEGE	OIL MINR
0	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
1	6,8	4,8	5,6	5,3	4,9	5,1	4,7	5,7
2	7,7	5,6	7	5	6,8	6,9	5,8	6,3
3	7,5	5	8,2	4,7	7,3	6,8	7,4	6,9
4	4,8	4,9	8,6	4,2	7,1	5,9	5,6	6,1
5	3,2	4,8	9	3,9	5,2	5,5	4,8	5
6	3,1	4,8	9,1	3,7	4,9	5,2	4,4	4,8
7	3	4,7	9,2	3,6	4,6	4,9	4,1	4,5
8	2,9	4,6	9,5	3,3	4,1	4,6	4	4,3
9	2,9	4,4	9,8	3,1	3,7	4,1	3,8	3,9
10	2,9	4,1	9,8	3	3,3	3,5	3,5	3,6
12	2,8	3,6	9,7	3	2,9	3,5	3,4	3
14	2,8	3,5	9,7	2,9	2,9	3,3	3,1	2,9
16	2,8	3	9,7	2,9	2,9	3	3	2,9
18	2,8	2,9	9,7	2,8	2,8	3	2,9	2,9
20	2,8	2,9	9,6	2,8	2,8	2,9	2,8	2,9

22	2,8	2,9	9,4	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8
24	2,8	2,9	9,2	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8
26	2,8	2,8	9	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
28	2,8	2,8	8,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
30	2,8	2,8	8,6	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
35	2,8	2,8	8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
40	2,8	2,8	7,5	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
45	2,8	2,8	7,1	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
50	2,8	2,8	6,3	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
55	2,8	2,8	5,7	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
60	2,8	2,8	4,9	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8

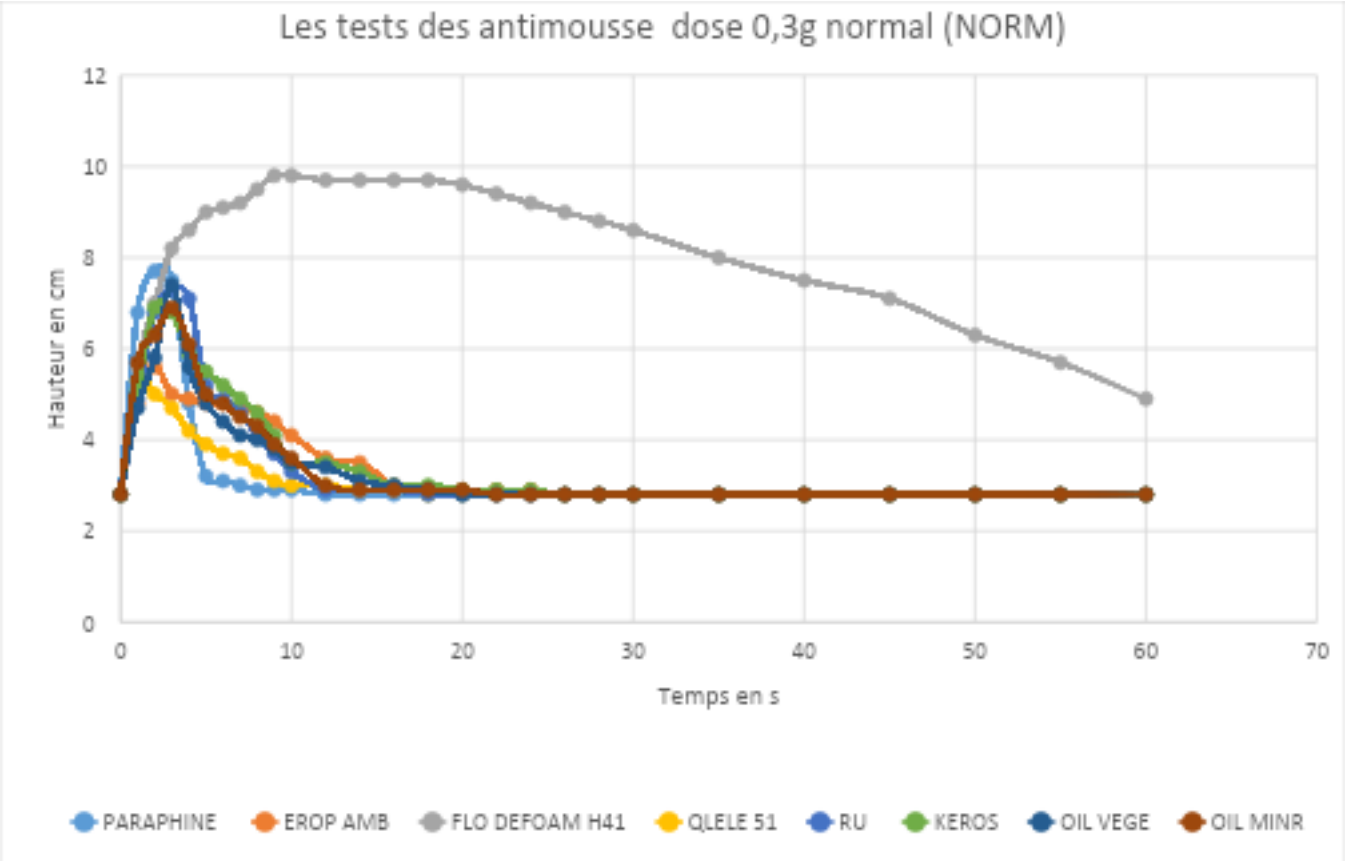


Figure 50: Les courbes des tests antimousse dose 0.3g condition normal (NORM)

- **Le cas dose 0.5g :**

Tableau 23 :Tests des antimousses condition normal dose 0.5g

Temps en s	PARAPHINE	EROP AMB	FLO DEFOAM H41	QLELE 51	RU	KEROS	OIL VEGE	OIL MINR
0	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8

1	6,7	4,7	5,6	5,2	4,5	4,8	4,5	4,5
2	7,2	5,4	7,6	4,9	5,1	6	5,6	5,5
3	5,8	4,9	8,3	4,6	5,7	6,7	7,2	5,7
4	4,6	4,8	5,4	4	5,6	5,7	5,4	5,1
5	3,1	4,7	4,9	3,7	4,9	5,3	4,6	4,7
6	3	4,6	4,6	3,4	4,3	5	4	4,3
7	2,9	4,3	4,5	3,1	4	4,7	3,9	4,1
8	2,9	4	4,4	3	3,5	4,3	3,6	3,8
9	2,8	3,8	4,3	2,9	3,1	4	3,2	3,5
10	2,8	3,6	4,2	2,9	2,9	3,2	3	3
12	2,8	3,4	4	2,8	2,9	3,1	2,9	2,9
14	2,8	3,1	3,9	2,8	2,8	3	2,8	2,9
16	2,8	2,8	3,8	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8
18	2,8	2,8	3,7	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8
20	2,8	2,8	3,6	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
22	2,8	2,8	3,5	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
24	2,8	2,8	3,4	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
26	2,8	2,8	3,3	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
28	2,8	2,8	3,2	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
30	2,8	2,8	3,1	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
35	2,8	2,8	3	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
40	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
45	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
50	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
55	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8
60	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8

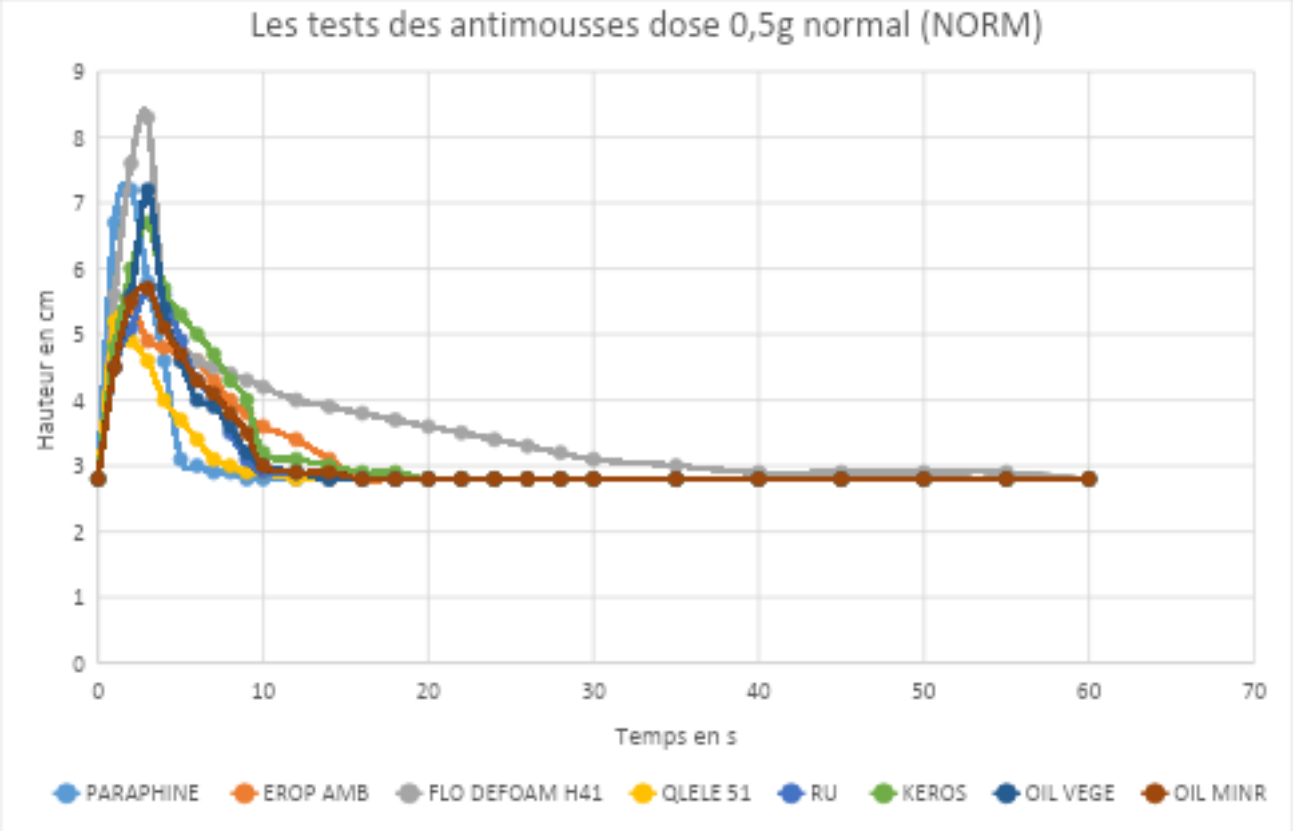


Figure 51: Les courbes des tests antimousse dose 0.5g condition normal (NORM)

Le **classement des antimousses en ordre décroissant d'efficacité** (du moins efficace au plus efficace), basé sur les trois tests (0,1 g, 0,3 g, 0,5 g) :

- **FLO DEFOAM H41** : Moins efficace à toutes les doses, mousse lente à retomber.
- **KEROS** : Moyennement efficace, amélioration avec la dose mais moins rapide que les suivants.
- **EROP AMB** : Comportement similaire à KEROS, bon à partir de 0,3 g.
- **QLELE 51** : Réagit bien dès 0,3 g, stabilité correcte à 0,5 g.
- **PARAPHINE** : Bonne efficacité dès 0,1 g, stable à dose plus forte.
- **RU** : Comportement rapide et stable, proche de PARAPHINE.
- **OIL VEGE** : Performance très constante, proche des meilleurs.
- **OIL MINR** : Le plus performant dans tous les tests, action rapide et mousse très faible dès 0,1 g.

Remarque :

OIL MINR > PARAPHINE ≈ RU > OIL VEGE > QLELE 51 > EROP AMB ≈ KEROS > FLO DEFOAM H41

4.2.La condition mauvaise (BAD) :

- **Le cas dose 0.1g:**

Tableau 24 :Tests des antimousses condition mauvasie (BAD) dose 0.1g

Temps en s	PARAPHINE	EROP AMB	FLO DEFOAM H41	QLELE 51	RU	KEROS	OIL VEGE	OIL MINR
0	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
1	10,9	11,3	12,5	11,3	7,9	11,1	10,5	10,3
2	14,8	12,4	14,4	12,1	11,2	14,9	15,3	13,9
3	13,6	13,5	16,3	10,6	13,6	15,9	16,4	15,4
4	11,2	13,9	16,9	9,8	12,8	15,9	13,9	13,6
5	8,4	13,1	17,6	8,8	11,9	16,2	11,3	11,9
6	7,7	12,8	18	8,6	10,1	12,8	9,4	9,8
7	7,1	12,3	18,3	8,4	8,7	10,4	8,1	8,5
8	6,8	11,8	18,7	8	8,1	10,3	7,7	8,1
9	6,5	11,7	19,1	7,9	7,8	10,2	7,3	7,6
10	5,7	11,6	19,8	7,2	7,4	10,3	6,4	7,2
12	5,5	11,4	19,5	6,7	7,2	10,8	5,6	6,3
14	5,2	11,2	19,1	6,3	7	10,6	5,2	5,8
16	5,2	11	19	5,8	6,9	10,6	5,1	5,5
18	4,9	11	18,9	5,6	6,2	10,2	5,1	5,2
20	4,8	10,6	18,7	5,2	5,8	10,2	5	5,1
22	4,8	9,9	18,6	5	5,4	10,1	5	5
24	4,8	9,9	18,5	4,9	5,2	9,9	4,9	5
26	4,8	9,7	18,4	4,9	5	9,8	4,9	4,9
28	4,8	9,1	18,4	4,9	4,9	9,5	4,8	4,9
30	4,8	8,6	18,3	4,8	4,9	9	4,8	4,8
35	4,8	7,9	18,2	4,8	4,8	8,4	4,8	4,8
40	4,8	7,3	18,1	4,8	4,8	7,9	4,8	4,8
45	4,8	6,7	18	4,8	4,8	7,3	4,8	4,8
50	4,8	6,2	17,9	4,8	4,8	6,8	4,8	4,8
55	4,8	5,6	17,8	4,8	4,8	6,3	4,8	4,8
60	4,8	5,3	17,7	4,8	4,8	5,8	4,8	4,8

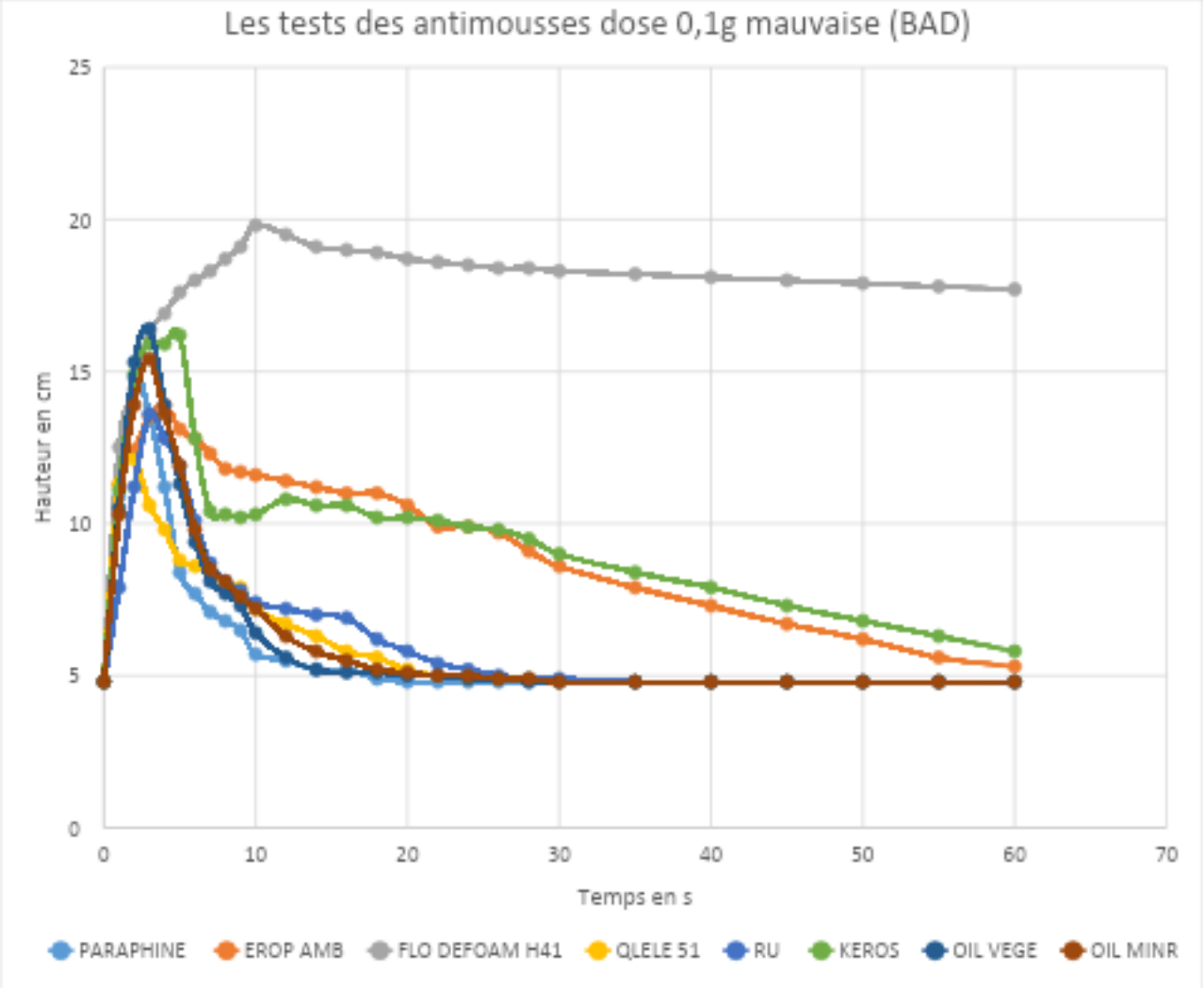


Figure 52: Les courbes des tests antimousses dose 0.1g mauvaise (BAD)

- **Le cas dose 0.3g:**

Temps en s	PARAPHINE	EROP AMB	FLO DEFOAM H41	QLELE 51	RU	KEROS	OIL VEGE	OIL MINR
0	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
1	10,8	10,5	11,3	10,2	7,6	10,9	9,8	9,7
2	12,2	12	13,7	11,3	10,9	14,1	12,9	11,9
3	11,8	13,2	15,1	9,4	13,4	12,8	14,7	13,8
4	10,6	12,8	15,3	8,2	10,8	11,3	13,6	12,6
5	7,9	12,2	15,8	7,8	9,3	8,5	11,1	9,5
6	7,1	11,9	15,2	7,4	8,1	7,5	9,2	8,2
7	6,9	11,3	14,6	7,2	7,9	7,2	7,8	7,8
8	6,6	10,8	14,2	7	7,4	6,8	7,4	7,3
9	6,1	10,2	14,1	6,9	7,1	6,3	6,3	6,6
10	5,8	10	14	6,7	7	6	5,8	6,2
12	5,3	9,6	13,6	6,2	6,7	5,8	5,2	5,6
14	5,1	9,1	11,5	5,6	6,2	5,6	5,1	5,1
16	5	8,4	11,1	5,1	6	5,5	5	5
18	4,8	7,8	11	5	5,8	5,4	5	4,9
20	4,8	6,9	11	5	5,6	5,3	4,9	4,9
22	4,8	6,2	10,9	4,9	5,2	5,2	4,9	4,8
24	4,8	5,8	10,8	4,8	5	5,1	4,8	4,8
26	4,8	5,2	10,7	4,8	4,9	5	4,8	4,8
28	4,8	5	10,6	4,8	4,9	4,9	4,8	4,8
30	4,8	5	10,5	4,8	4,8	4,9	4,8	4,8
35	4,8	5	10,3	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
40	4,8	5	10,1	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
45	4,8	4,9	10	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
50	4,8	4,9	9,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
55	4,8	4,8	9,2	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
60	4,8	4,8	8,7	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8

Tableau 25 :Tests des antimousses condition mauvaise dose 0.3g

Temps en s	PARAPHINE	EROP AMB	FLO DEFOAM H41	QLELE 51	RU	KEROS	OIL VEGE	OIL MINR
0	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
1	10,8	10,5	11,3	10,2	7,6	10,9	9,8	9,7
2	12,2	12	13,7	11,3	10,9	14,1	12,9	11,9
3	11,8	13,2	15,1	9,4	13,4	12,8	14,7	13,8
4	10,6	12,8	15,3	8,2	10,8	11,3	13,6	12,6
5	7,9	12,2	15,8	7,8	9,3	8,5	11,1	9,5
6	7,1	11,9	15,2	7,4	8,1	7,5	9,2	8,2
7	6,9	11,3	14,6	7,2	7,9	7,2	7,8	7,8
8	6,6	10,8	14,2	7	7,4	6,8	7,4	7,3
9	6,1	10,2	14,1	6,9	7,1	6,3	6,3	6,6
10	5,8	10	14	6,7	7	6	5,8	6,2
12	5,3	9,6	13,6	6,2	6,7	5,8	5,2	5,6
14	5,1	9,1	11,5	5,6	6,2	5,6	5,1	5,1
16	5	8,4	11,1	5,1	6	5,5	5	5
18	4,8	7,8	11	5	5,8	5,4	5	4,9
20	4,8	6,9	11	5	5,6	5,3	4,9	4,9
22	4,8	6,2	10,9	4,9	5,2	5,2	4,9	4,8
24	4,8	5,8	10,8	4,8	5	5,1	4,8	4,8
26	4,8	5,2	10,7	4,8	4,9	5	4,8	4,8

28	4,8	5	10,6	4,8	4,9	4,9	4,8	4,8
30	4,8	5	10,5	4,8	4,8	4,9	4,8	4,8
35	4,8	5	10,3	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
40	4,8	5	10,1	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
45	4,8	4,9	10	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
50	4,8	4,9	9,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
55	4,8	4,8	9,2	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
60	4,8	4,8	8,7	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8

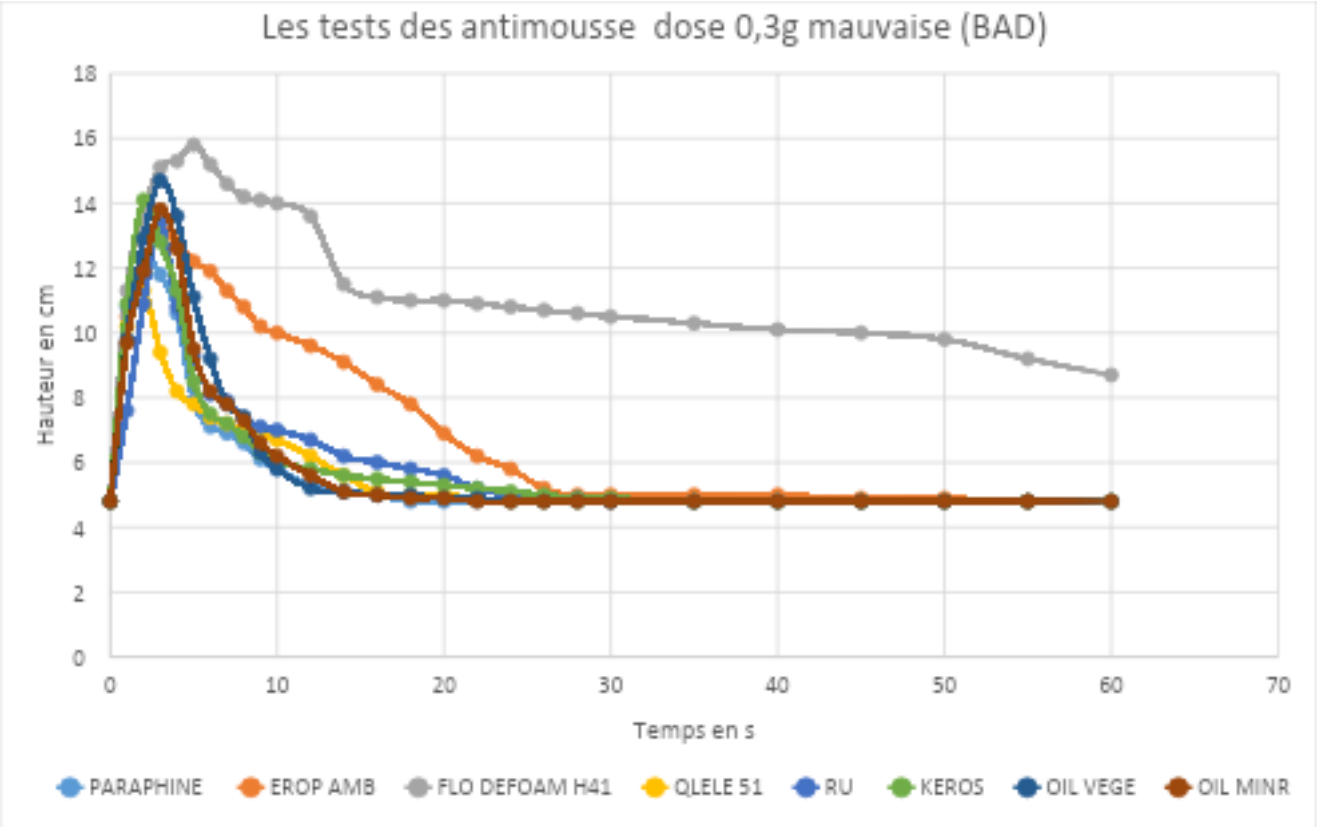


Figure 53: Les courbes des tests antimousses dose 0.3g mauvaise (BAD)

- **Le cas dose 0.5g:**

Tableau 26: Tests antimousses dose 0.5g mauvaise (BAD)

Temps en s	PARAPHINE	EROP AMB	FLO DEFOAM H41	QLELE 51	RU	KEROS	OIL VEGE	OIL MINR
0	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
1	10,6	10,3	10,9	9,9	7,2	13,6	9,1	8,8
2	11,9	11,2	12,7	10,4	10,3	12,6	12,5	10,6
3	10,7	10,8	11,6	8,1	13,1	10,7	14,2	12,8

4	9,6	9,7	9,4	7,6	10,5	8,1	12,1	11,7
5	8,7	9,1	8,8	7,2	9,1	7,3	8,3	8,7
6	7,9	9	8,8	7	7,7	7	7,3	7,9
7	6,7	8,6	8,7	6,8	7,5	6,6	7	7,4
8	5,9	8,1	8,5	6,6	7	6,1	5,6	6,8
9	5,3	6,5	8	6,3	6,8	5,9	5,3	6
10	5,1	6,1	7,8	5,9	6,2	5,4	5	5,7
12	4,9	5,6	7,5	5,1	5,8	5,3	5	5,4
14	4,9	5,4	7,1	5	5,7	5,2	4,9	5
16	4,8	5,2	6,8	5	5,5	5,1	4,9	4,9
18	4,8	5	5,9	4,9	5,2	5	4,8	4,8
20	4,8	5	5,6	4,8	5	4,9	4,8	4,8
22	4,8	5	5,4	4,8	4,9	4,9	4,8	4,8
24	4,8	4,9	5,4	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
26	4,8	4,9	5,2	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
28	4,8	4,8	5,2	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
30	4,8	4,8	5,2	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
35	4,8	4,8	5	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
40	4,8	4,8	5	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
45	4,8	4,8	4,9	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
50	4,8	4,8	4,9	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
55	4,8	4,8	4,9	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
60	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8

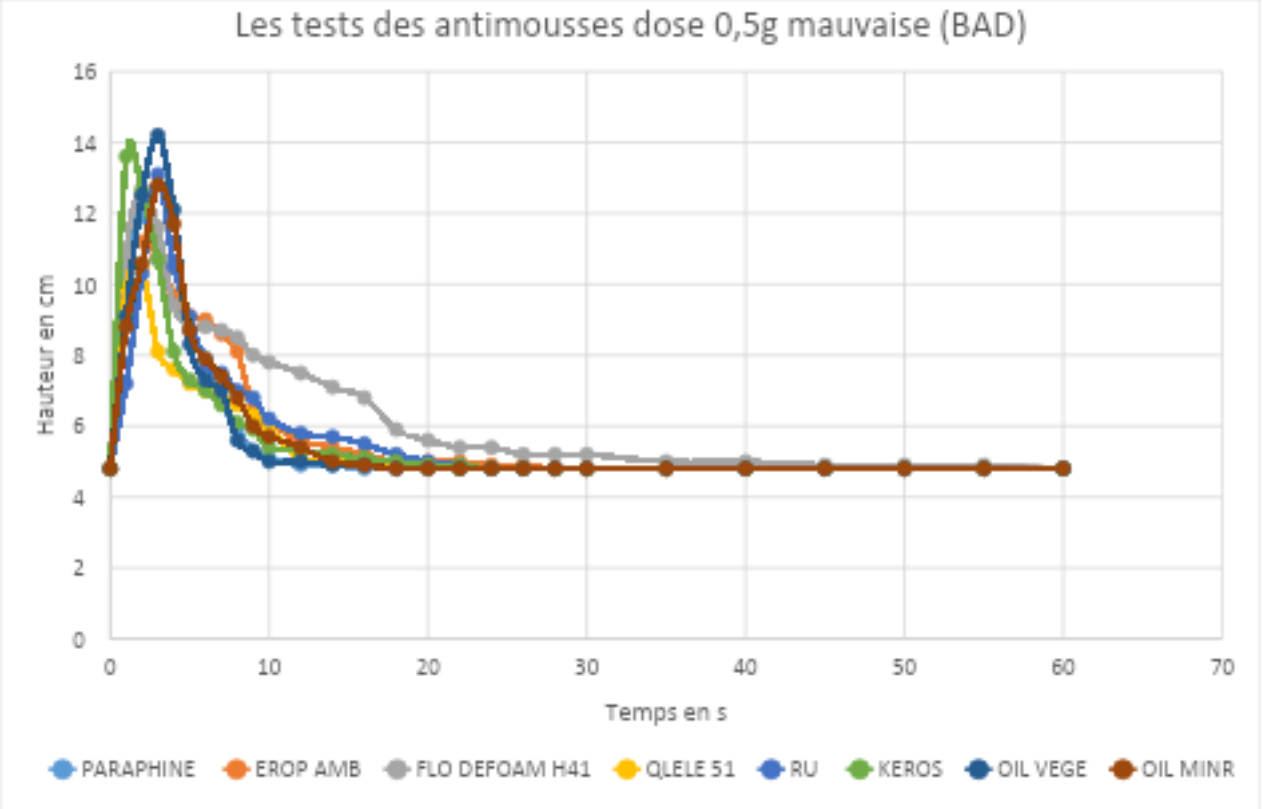


Figure 54: Les courbes des tests antimousses dose 0.5g mauvaise (BAD)

Remarque :

- ✔ **OIL MINR** et **OIL VEGE** sont **les meilleurs antimousses** testés, performants à toutes les doses.
- ✔ **RU** suit de près avec une excellente performance à partir de 0,3 g.
- ✔ Les produits comme **QLELE 51**, **KEROS**, **PARAPHINE** et **EROP AMB** sont adaptés à des doses ≥0,3 g.
- ✔ **FLO DEFOAM H41**, inefficace à faible dose, n'est **recommandé qu'à forte concentration (≥0,5 g)** et dans les systèmes où la vitesse de désintégration de la mousse n'est pas critique.

- **FLO DEFOAM H41** : Faible efficacité à 0,1 g et 0,3 g, amélioration lente à 0,5 g, mais toujours à réponse tardive.
- **EROP AMB** : Efficacité moyenne à toutes les doses, réduction lente de la mousse, pic initial

élevé.

- **PARAPHINE** : Réduction de mousse correcte à 0,3 g et 0,5 g, mais pas aussi rapide que les meilleurs.
- **KEROS** : Bon contrôle de mousse à doses moyennes et fortes, efficacité acceptable dès 0,3 g.
- **QLELE 51** : Montée initiale modérée, réduction assez rapide à partir de 0,3 g, bon compromis.
- **RU** : Performance très proche des meilleurs dès 0,3 g, mousse rapidement stabilisée à 5 cm.
- **OIL VEGE** : Très bon comportement à toutes les doses, action rapide et mousse stable.
- **OIL MINR** : **Le plus performant** : efficace même à 0,1 g, stabilité immédiate de la mousse dès 5–6 secondes.

Classement décroissant :

OIL MINR > OIL VEGE > RU > QLELE 51 > KEROS > PARAPHINE > EROP AMB > FLO DEFOAM H41

Conclusion :

En condition normale (NORM), le classement des antimousses, basé sur les trois doses testées (0,1 g, 0,3 g, 0,5 g), montre qu'**OIL MINR** est de loin le plus efficace, réduisant rapidement la mousse dès la plus faible dose. Il est suivi de près par **PARAPHINE** et **RU**, tous deux efficaces dès 0,1 g et offrant une stabilité remarquable. **OIL VEGE** présente également de bonnes performances, constantes sur l'ensemble des doses. En milieu de classement, **QLELE 51** se distingue par une amélioration notable à partir de 0,3 g. **EROP AMB** et **KEROS** montrent une efficacité modérée, nécessitant des doses plus élevées pour être réellement performants. Enfin, **FLO DEFOAM H41** est le moins efficace, avec une action lente et peu marquée quelle que soit la dose.

En condition dégradée (BAD), la hiérarchie reste similaire avec quelques variations. **OIL MINR** conserve sa première place, montrant une performance exceptionnelle même à 0,1 g. **OIL VEGE** et **RU** suivent de très près, avec une stabilisation rapide et constante de la mousse. **QLELE 51** confirme son efficacité à partir de 0,3 g, offrant un bon compromis. **KEROS** et **PARAPHINE** présentent des résultats acceptables mais moins constants. **EROP AMB** reste peu performant, avec une réduction lente de la mousse, tandis que **FLO DEFOAM H41** confirme sa faible efficacité dans ces conditions, avec une action retardée même à haute dose.

Globalement, **OIL MINR** et **OIL VEGE** se démarquent comme les antimousses les plus efficaces, offrant une excellente performance dès les plus faibles concentrations. D'autres produits, comme **RU**, **QLELE 51** et **KEROS**, montrent un bon potentiel à des doses modérées à élevées. En revanche, **FLO DEFOAM H41**, bien qu'amélioré à 0,5 g, demeure globalement moins performant, notamment en termes de rapidité d'action. Ces résultats suggèrent que le choix de l'antimousse doit être guidé à la fois par sa formulation et la dose d'utilisation, en tenant compte des exigences spécifiques du procédé industriel visé.

Conclusion générale :

L'étude menée a permis d'identifier clairement les paramètres clés influençant la formation de mousse lors de la fabrication d'acide phosphorique. Le criblage a mis en évidence que l'acide de retour (AR) est le facteur le plus déterminant, avec un effet estimé à près de 67 %, suivi par le type de phosphate, notamment le G10, qui s'est révélé être le plus moussant. Le plan factoriel a confirmé ces résultats, tout en soulignant des interactions significatives entre AR, phosphate et H_2SO_4, montrant que certains effets ne sont pas linéaires mais dépendent des combinaisons de facteurs. Les essais de cinétique ont renforcé ces observations : le phosphate G10 génère des hauteurs de mousse importantes, notamment en condition dégradée, tandis que les phosphates BG et PB montrent des comportements beaucoup plus modérés.

En parallèle, l'évaluation des agents antimousses a permis de classer leur efficacité en conditions normales et dégradées. **OIL MINR** se distingue nettement comme le plus performant, avec une action rapide et efficace dès 0,1 g, suivi d'**OIL VEGE**, **RU** et **PARAPHINE**, qui présentent également de bons résultats. En revanche, **FLO DEFOAM H41** reste le moins efficace, même à forte dose. Globalement, les résultats confirment que la maîtrise du phénomène moussant passe par une combinaison bien étudiée des paramètres opératoires et le choix judicieux d'un antimousse adapté aux conditions spécifiques du procédé. Cette approche permet d'optimiser la formulation tout en respectant les contraintes techniques et économiques du milieu industriel.

Référence bibliographique :

- Drenckhan, W., & Hutzler, S. (2015). *Foam Engineering: Fundamentals and*

Applications. Wiley-VCH.

- Exerowa, D., & Kruglyakov, P. M. (1998). *Foam and Foam Films: Theory, Experiment, Application*. Elsevier.
- Kraynik, A. M. (1988). Foam flows. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 20(1), 325–357.
- Rodriguez, M., Langevin, D., & Cantat, I. (2002). Stability of foam films: surface rheology and drainage. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 206(1-3), 15-21.
- Weaire, D., & Hutzler, S. (1999). *The Physics of Foams*. Oxford University Press.
- Anouar, Jouraiphy, Essallaki, 2021, « Effect of phosphate quality on foam generation during the phosphoric acid production process», (https://www.journalssystem.com/ppmp/Effect-of-phosphate-quality-on-foam-generation-during-the-phosphoric-acid-production,132463,0,2.html).

- Akitt, J. W., & Atkinson, A. (1985). *Phosphoric Acid Manufacture*. Elsevier.
- Handa, A., & Holm, R. H. (1993). Influence of carbonate decomposition on phosphoric acid formation. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 56(2), 185-192.

- Van der Meer, J., et al. (2002). Thermal effects during phosphate rock acidulation. *Minerals Engineering*, 15(4-5), 395-402.
- Michaud, P., et al. (2011). Chemical characterization of phosphate rock and its effect on acidulation processes. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 50(12), 7327-7335.
- Hein, W., Rösner, G. et Pollach, G. 2006. Saving in processing aids: developments withn AGRANA/zukerforshung Tulln, Proceedings of Sugar Processing Research Institute, p 128-137.
- Bensouissi. 2007. Auxiliaires technologiques utilisés en sucrerie de betterave et qualité du sucre blanc. Centre de recherche en physioco-chimie et biotechnologie agroindustrielle : Europol-Agro., Université de Reims Champagne-Ardenne. Bluestar Silicones. SILCOLAPSE®, The art of foam control. https://www.bluestarsilicones.com/EN/Our_offer/KEC/ListInstance_Brochure_Title/Antifoam_Brochure.pdf

- Denkov, N. (2004). Mechanisms of Foam Destruction by Oil-Based Antifoams. Langmuir, 20(22), pp.9463-9505.
- Denkov, N., Marinova, K. and Tcholakova, S. (2014). Mechanistic understanding of the modes of action of foam control agents. Advances in Colloid and Interface Science, 206, pp.57-67.
- Garrett, P.R. 2013. The science of defoaming : Theory, experiment and applications. Surfactant science series, CRC Press, Florida. 598 pp.
- Evonik (2015). *Full spectrum of defoamer offerings - Foam control in waterborne coatings, inks and adhesives*. Evonik Industries AG.
- Hirsch, M. (2018). *Surface Active Agents (Surfactants): Types and Applications*. [online] Prospector Knowledge Center. Available at: https://knowledge.ulprospector.com/3106/pc-surface-active-agents-surfactants/ [Accessed 15 Dec. 2018].
- Karakashev, S. and Grozdanova, M. (2012). Foams and antifoams. *Advances in Colloid and Interface Science*, 176-177, pp.1-17.
- KRÜSS GmbH (2018). *Surfactant*. [online] Available at: https://www.kruss-scientific.com/services/education-theory/glossary/surfactant/ [Accessed 10 Dec. 2018].
- McClure, D., Lamy, M., Black, L., Kavanagh, J. and Barton, G. (2017). An experimental investigation into the behaviour of antifoaming agents. *Chemical Engineering Science*, 160, pp.269-274.
- Wasan DT, Koczo K, Nikolov AD. (1994). Mechanisms of aqueous foam stability and antifoaming action with and without oil. In: Schramm LL, editor. *Foams: fundamentals and applications in petroleum industry*. ACS Symposium SeriesACS.
- Wacker Chemie. (2018). *Silicone Products for Antifoam Agents in the Detergents Industry.* [online] Available at:https://www.wacker.com/cms/media/documents/markets_brands/consumer_care_1/household_science/Household_Science_Antifoam.pdf [Accessed 12 Dec. 2018].
- Prins, A. and van't Riet, K. (1987). Proteins and surface effects in fermentation: foam, antifoam and mass transfer. *Trends in Biotechnology*, 5(11), pp.296-301.