

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Mémoire du Projet de fin d'étude

2^{ème} Année Master



Département : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique



Présenté par :

MESSIKH KHATIMA

Analyse physico-chimique des détergents poudres

Sous la Direction de :

M^r. M. H BENHAMZA

Juin 2011

REMERCEMENTS

« ربي أوزعني أن أفكر نعمتك التي أنعمت عليا و علي والدي و أن أعمل حالبا

ترخاه و أحظني برحمتك في عبادك الصالحين » [19 سورة النمل].

ان التوفيق من الله و السداد من الله و الفخر كل الفخر لله أولا و أخيرا.

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au niveau du complexe de production des détergents CHELGHOU'UM LAID, alors je tiens à remercier Monsieur : Medjdoub, Menadi, Ben Abdellhif, Chellati, Mimoune, Guidoum, Kebche, Hamel, Righi, Ben Nezer, Ben Merzoug, M^{elle} Messaoudani Widad.

Je remercie Monsieur Elhoucine BENHAMZA pour son encadrement, pour son aide scientifique, pour sa constante disponibilité, ces conseils et sa patience et pour l'attention avec laquelle il a dirigé ce travail.

J'associe à ces remerciements aussi madame Hassiba, Lilia, monsieur Malek BENJABALAH et toutes les personnes qui m'ont aidé de proche ou de loin pour réaliser ce travail.

Un grand merci pour mes amis, pour leur complicité et pour leur amitié.

Je vaudrais exprimer à toute ma famille, et plus particulièrement mes parents, ma profonde reconnaissance pour le soutien qu'ils m'ont apporté en toute circonstance, ainsi que pour leur patience et leur amour. Qu'ils trouvent dans ce travail le témoignage de mon Affection.

SOMMAIRE

Sommaire

Liste des symboles.....	IX
Liste des figures et tableaux.....	X
Introduction Générale.....	01
Chapitre I : Introduction	
I-1 Histoire des détergents.....	04
I-2 La place des détergents aujourd'hui.....	05
 Chapitre II : Présentation du complexe de production des détergents de CHELGHOUM LAid	
II-1 Histoire du complexe.....	07
II-2 Description du complexe.....	08
 Chapitre III : Généralité sur les détergents	
III-1 Définition des détergents.....	10
III-2 Structure des détergents.....	10
III-3 Constituant des détergents.....	10
III-4 Classification et domaine d'application.....	14
 Chapitre IV : Procédé de Fabrication des détergents poudres	
IV-1 Rôle de chaque matière première.....	16
IV-2 Fabrication des détergents poudres.....	19
IV-2-1 Procédés de fabrication de la matière active (DDBSNa).....	19
IV-2-1-1 Procédés d'obtention du SO ₃	19
1. Traitement de l'air.....	19
2. Fusion du soufre.....	22
3. Combustion du soufre.....	22
4. Convention du SO ₂	22
IV-2-1-2 Procédé de la sulfonation.....	24
IV-2-1-3 Procédé de neutralisation.....	26
IV-2-1-4 Traitement de gaz épuisés.....	28

IV-2-2 La finition des détergents poudres	28
IV-2-2-1 Préparation du slurry	39
IV-2-2-2 Procédé d'atomisation	30
IV-2-2-3 Tamisage	30
IV-2-2-4 Récupération des poudres fines	30

Chapitre V : Analyses physico-chimique de détergent poudre (ISIS-MU)

V-1 Introduction	34
V-2 Les analyses physico-chimiques des matières premières	34
V-2-1 Analyse du soufre	34
➤ Détermination du taux d'humidité	34
V-2-2 Analyse du sulfate de sodium.....	35
V-2-2-1 Evaluation du PH	35
V-2-2-2 Evaluation de la densité	36
V-2-2-3 Evaluation du taux du sulfate de sodium	36
V-2-3 Analyse du carboxyle méthyle cellulose (CMC)	37
V-2-4 Analyse du silicate de sodium.....	39
V-2-4-1 Détermination du taux de Na_2O	39
V-2-4-2 Détermination du taux de SiO_2	40
V-2-5 Analyse de tripolyphosphate de sodium (STPP).....	40
V-2-5-1 Evaluation de la densité	41
V-2-5-2 La vitesse d'hydratation.....	41
V-2-5-3 Détermination du taux de STPP.....	42
V-3 Les analyse de l'acide sulfonique (DDBSH).....	43
V-3-1 Détermination du taux de matière active.....	44
V-3-2 L'indice d'acide.....	45
V-4 Les analyse de la pâte (DDBSNa)	46
V-4-1Détermination du taux de matière active.....	46
V-4-2 Evaluation du PH	47
V-5 Analyse de slurry	47
V-5-1Détermination du taux de matière active.....	47
V-5-2 Evaluation du PH	47
V-6 Analyse de la poudre atomisée.....	48

V-6-1	Détermination du taux de matière active.....	48
V-6-2	Détermination du taux d'humidité	48
V-6-3	Evaluation du PH	49
V-7	Spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier	49
V-7-1	Principe.....	49
V-7-2	Appareillage	50
V-7-3	Préparation de l'échantillon	51
1.	Analyse de DDBSH	51
1.1	Résultats expérimentaux.....	51
1.2	Interprétation des résultats.....	52
2.	Analyse de DDBSNa	53
2.1	Résultats expérimentaux.....	53
2.2	Interprétation des résultats.....	53
V-8	Conclusion Générale.....	54
	Conclusion	55
	Annexe	56
	Bibliographie	

*Liste des
symboles*

Liste des symboles :

DDB: Dodécyl benzène

DDBSH: l'acide sulfonique

DDBSNa: la pâte (matière active)

CMC: carboxyméthyl cellulose

STPP: Tripolyphosphate de sodium

MA: matière active

D: la densité

F: facteur de correction

IA: indice d'acide

IRTF: infra rouge à transformer de fourrier.

*Liste des
figures et
tableaux*

Liste des figures et tableaux

Titre	Page
Fig III-1: Représentation des molécules tensioactives	10
Fig IV-1: Traitement de l'air	21
Fig IV-2: Procédés de l'obtention du SO₃	23
Fig IV-3: Procédés de sulfonation	25
Fig IV-4: Procédés de neutralisation	27
Fig IV-5: Process d'atomisation	32
Tab IV-1: Les principes adjuvants et leur rôle	17

ANNEXE

Titre	Page
Fig A-1-1: Tour de silicagel	56
Fig A-2-1: Four de combustion du soufre	57
Fig A-3-1: Tour catalytique	58
Fig A-4-1: Le Soufre	59
Fig A-6-1: La Soude caustique	61
Fig A-7-1: Le Sulfate de soude	62
Fig A-8-1: Le Carboxyméthylcellulose de sodium	63
Fig A-10-1: Le silicate de sodium	65
Fig A-11-1: Le Tripolyphosphate de sodium	66

INTRODUCTION
GENERALE

Introduction

Le mot détergent provient du Latin « Détergere » qui signifie nettoyer les souillures grâce à son aptitude à baisser la tension de surface du liquide dans lequel il est dissous, d'où le nom de tensioactif ou surfactant.

Les savons et détergents constituent une classe particulièrement importante de substances chimiques qui jouent un rôle essentiel dans la plupart des domaines de la vie quotidienne.

Leur rôle essentiel est de modifier la tension superficielle des solutions aqueuses ou les tensions interfaciales (liquide-solide et gaz-liquide) en donnant lieu à de nombreux phénomènes physiques : Apparition de mousse, dégraissage, dispersion, émulsion et mouillage. Ils sont dénommés agents de surface, ou agents tensioactifs. Ils sont représentés par les savons et les détergents de synthèse dits: Détergents modernes.

Le détergent le plus ancien est le savon, sa découverte remonte au moins à 600 années avant J.C puisque les phéniciens le préparaient par chauffage prolongé des graisses d'origine animale, avec des extraits des cendres de bois. Le nom de savon dérive du premier centre de production européen « SAVONA » en Italie.

Durant plusieurs siècles, la production du savon n'a constitué qu'une petite industrie qui fournissait ses produits seulement aux riches. Vers la fin du 18^{ème} siècle et pendant le 19^{ème} siècle, différents facteurs scientifiques et sociaux ont contribué à transformer la production du savon en une industrie importante. Pendant la seconde moitié de 19^{ème} siècle, la consommation du savon augmenta sans cesse, ainsi ont été mises au point par les fabricants plusieurs sortes de savons pour satisfaire des usages différents.

Entre 1900 et 1910, le manque de graisses animal dans le monde devient important, les fabricants de savon furent alors contraints de rechercher de nouvelles matières premières de remplacement. Ils les trouvèrent sous la forme d'huiles végétales en provenance des pays tropicaux ou d'huile d'animaux marins. Cependant l'augmentation de la population et du niveau de vie entraînait un besoin sans cesse croissant en ces produits ce qui incita encore les scientifiques à chercher un détergent

qui n'aurait pas besoin pour sa fabrication ni d'huiles végétales ni de graisses animales. 1907 vit alors la naissance de la marque « Persil » première poudre à laver contenant un agent de blanchiment, le perborate de sodium. En 1916 fut produit en Allemagne le « NEKAL » qui est l'isopropylnaphtalène sulfonate de sodium.

Toutefois, les vrais détergents de synthèse sont nés pendant la seconde guerre mondiale aux états unis ou de grandes sociétés misent au point le tétra propyl benzène sulfonate de sodium qui a été la matière de base des premières détergentes modernes.

En 1963, les producteurs américains de détergents annoncèrent le remplacement de cette matière active fortement ramifiée par un produit linéaire plus biodégradable qui est le dodécyl benzène sulfonate de sodium. Actuellement seul ces alkyl benzène sulfonate sont autorisés pour la formulation de produits détergents.

En raison de la diversité des salissures, de l'évolution de l'industrie des textiles, des procédés de lavage et du souci d'hygiène et de propriété prenant de plus en plus d'importance dans une société de plus en plus industrialisée et urbanisée, on assiste à la diversité des formulations des détergents.

Ceux-ci sont aujourd'hui des produits de grande consommation, qui sous leurs formes variées de liquides, de solides, de poudres ou de paillettes, font désormais partie de la vie quotidienne de chaque foyer. Justement, notre intérêt pour cette industrie a été suscité par l'importance de leur rôle dans notre vie. Le présent travail intitulé « Analyse physico-chimique des détergents poudres ISIS MU » est structuré en cinq chapitres :

Dans le premier chapitre je fais une introduction sur l'histoire des détergents et leur place aujourd'hui.

La deuxième chapitre je présenter la complexe de production des détergents de chelghoum laid.

Le troisième chapitre généralité sur les détergents je définir la détergent et leur structure et je traite les constituants des détergents.

Le quatrième chapitre concerne le procédé de fabrication des détergents poudres (ISIS MU) du complexe de détergent H.A.

Le cinquième chapitre reporte les résultats des analyses pratiquées sur les matières premières, l'acide sulfonique, la matière active, le slurry ainsi que la poudre atomisée.

Enfin ce mémoire se termine par une conclusion générale faisant ressortir tous les résultats acquis.

CHAPITRE I
Introduction

I : INTRODUCTION

I-1 Histoire des détergents:

Le savon a été le premier de tous les détergents connus aujourd'hui à être inventé [5].

Son nom est dérivé du premier centre de production en Europe "SAVONA" situé en Italie.

Il a été utilisé la première fois il y a environ 2500 ans avant J.C, mais sous formes différentes à celle que nous connaissons aujourd'hui.

Selon certains chercheurs, l'invention du savon reviendrait aux celtes qui traitaient le suif de chèvre bouillant par les cendres végétaux. Les celtes ont transmis le procédé aux romains.

Les premiers ateliers de fabrication apparaissent vers l'an 500 en Afrique du nord, en Espagne et à Marseille. D'où le nom courant de savon de Marseille.

Durant plusieurs siècles jusqu'au 18^{ème} siècle la production du savon n'a constitué qu'une petite industrie qui fournissait ses produits seulement aux riches.

C'est en 1787 que l'on a découvert que la soude pouvait être obtenue à partir du sel normal. Ceci a permis aux fabricants de savon, de se procurer une des matières premières de base sans difficultés.

L'alcali caustique abandonnant ainsi l'utilisation des cendres.

Quelques années plus tard, le chimiste français Chevreul démontra que la fabrication de savon n'était pas seulement réactions chimiques bien précises, car les constituents des graisses se divisaient en acide gras et glycérol.

Mais en 1900 et 1910 le manque de graisses animales dans le monde devient important ce qui a poussé les chercheurs à chercher un autre détergent qui n'aurait pas besoin pour sa fabrication ni d'huile ni de graisses animales ou végétales. Et en 1916 fut produit le « NEKALA » le premier détergent entièrement synthétique dérivé de la naphthaline, de l'alcool isopropylique et de l'acide sulfurique.

Ces premiers produits possédaient la matière principale d'un détergent, c'est-à-dire qu'ils diminuaient la tension superficielle de l'eau, mais ne réussissaient pas à dénicher la saleté, ils étaient donc utilisés dans l'industrie textile pour laver la laine. Pendant la seconde guerre mondiale le manque de graisses et d'huiles s'est aggravé et le savon fut rationné, c'est ce qui incita le développement des détergents ménagers

dérivant de ces substances. Les premiers essais donnèrent des détergents qui ne nettoyaient pas très bien et qui étaient chers et durs pour les mains. Mais après 1950 on a pu utiliser un dérivé du pétrole l'alcoylbenzen, un hydrocarbure contenant un nouveau benzène (ex: tetrapropylbenzène).

C'est alors qu'apparurent sur le marché les premiers détergents synthétiques vraiment satisfaisants et qui remplaçaient le savon et les lessives pour le lavage des vêtements et des articles ménagers et voilà quelques dates de l'apparition de ces détergents :

- Savon de lavage en 1930
- Les détergents en 1953
- Les détergents a mousse contrôlée en 1957
- Les lessives pour vaisselles en 1960
- Les adoucissant en 1966
- Les produits biologiques en 1968
- Les détergents biodégradables à partir de 1971.

I-2 La place des détergents aujourd'hui :

Le mot détergent signifie littéralement quelque chose qui nettoie et les détergents sont des substances qui agissent avec l'eau pour rendre les choses plus propres.

Les détergents sont sous forme de tablettes, poudres, liquides et ils sont utilisés pour toute sorte de nettoyage et ils sont présents dans toutes les maisons [5].

L'industrie des détergents est de nos jours une des industries des plus importantes dans biens de consommation. Ils existent deux catégories principales de détergents, le savon premier produit détergent, et on trouve en tête de la première catégorie: Les détergents savonneux, dans cette catégorie sont inclus les savons utilisés pour le nettoyage ménager, pour la toilette, les lessives ainsi que les savons durs et les poudres qui sont utilisés dans l'industrie.

En général, tous les détergents savonneux sont préparés en réchauffant des graisses ou de l'huile animale et/ou végétale avec un alcali (Soude caustique).

Les graisses animales utilisées sont les suifs de bœuf et de mouton, pour les huiles végétales on trouve l'huile de palmier, de coco, de soja, de coton d'olive.

La seconde grande catégorie est celle des détergents synthétiques que l'on trouve sous forme de poudres et liquides pour laver les vêtements, la vaisselle et d'autres objets ménagers. Une poudre détergente et non savonneuse à la même utilisation qu'une poudre savonneuse et peut paraître identique (à n'importe quel observateur) mais ses composants et son mode de production sont complètement différents.

La plus grande partie des détergents synthétiques est basée sur des produits chimiques pétrolières dérivés d'huiles minérales que l'on fait réagir selon un procédé appelé sulfonation.

D'autres sont produits en faisant réagir des alcools de suif avec de l'oxyde d'éthylène.

Il existe plusieurs types de détergents, pas seulement les deux catégories principales citées plus haut, mais plusieurs types dans la même catégorie et cela pour plusieurs raisons. Une de ces raisons est que les producteurs, à travers des constantes recherches ont trouvés différentes formules pour satisfaire les exigences de lavage de tous les articles. La récente invention d'appareils ménagers a stimulé la recherche dans cette direction. C'est ainsi que nous avons des détergents machines à laver, qui font peu de mousse et d'autre types encore pour les machines à laver de la vaisselle.

De toute façon, les conditions sociales prédominantes d'un pays posent des limites au nombre de détergents utilisés. Dans les régions sous-développées, où il n'y a pas d'eau courante ni d'évier (écoulement), tous les détergents doivent être sous forme de tablettes. Ceci a donc stimulé la recherche vers la fabrication de pains de détergent non savonneux.

CHAPITRE II

**PRESENTATION DU COMPLEXE DE
PRODUCTION DES DETERGENT DE
CHELGHOUUM LAID**

II : PRESENTATION DU COMPLEXE DE PRODUCTION DES DETERGENT DE CHELGHOUM LAID

II-1 Histoire du complexe :

Le complexe des détergents Chelghoum Laid fut créé par le décret n°59/70 du 22 octobre 1970 sur proposition du ministère de l'industrie et de l'énergie à l'époque.

Le projet a été inséré au 2^{ème} plan quadriennal pour un budget de 449 Millions de dinars algériens. Sa réalisation a débuté en 1976 par une société italienne nommée (ITAL CONSULT) qui a fait faillite et les travaux furent arrêtés en 1982.

En 1983 l'enveloppe financière a été révisée et réévaluée à la somme de 609 millions de dinars algériens et confié par la SNIC (société nationale des industries chimiques) à une autre société italienne (ITAL IMPIANTI) qui a redémarré les travaux en 1984. Le complexe est rentré dans la phase de production le 30 juillet 1986.

Au cours de l'année 1997 l'entreprise nationale des détergents et produits d'entretiens (ENAD) se transmute à un groupe industriel formé de quatre sociétés qui s'occupent des travaux de recherche, de progression[6], et de livraison des détergents à l'échelle nationale :

ENAD-SIDET (SOURE ELGHAZLENE)

ENAD-SODER (AIN TIMOUCHENTE)

ENAD- CHEMECA (ALGER)

ENAD-SODER (CHELGHOUM LAID)

En 1999 le groupe de l'ENAD signé un protocole avec l'associé allemand (HENKEL) qui permettra de lancer le produit au nouveau millénaire. Le groupe ENAD a choisi l'associé HENKEL à cause de sa marque internationale, sa technologie développée, sa grande expérience et son chiffre d'affaire élevé.

L'associé espère évoluer le produit algérien dans le domaine des détergents et s'introduire dans le marché avec puissance en représentant une nouvelle marque HEA. « HENKEL - ENAD – ALGERIR » avec 60% de l'associé étranger et 40% groupe ENAD.

A la fin de l'année 2004 l'associé allemand (HENKEL) acheté la marque ISIS qui est représenté une nouvelle marque HA « HENKEL-ALGERIE » avec 100% allemand.

Actuellement, l'activité du complexe de détergent Chelghoum Laid s'est concentré sur la production des détergents poudres moussantes (ISIS MU).

Les unités de fabrication sont :

- **Unité 100** : Fabrication de la matière active
- **Unité 400** : Fabrication et conditionnement de la poudre
- **Unité 700** : Fusion du soufre
- **Unité 800** : Dissolution du silicate
- **Unité 1100** : Dissolution e soude.

II-2 Présentation du complexe :

Le complexe détergents de CHELGOUM EL-AID se situe entre CONSTANTINE et CHELGOUM EL-AID à 2 km de ce dernier et à proximité de la route nationale N°5.

Il permet d'assurer 1000 emplois à la daïra et de satisfaire aux besoins de l'est algérien en détergents.

Les travaux de réalisation de ce complexe ont été entamés par la société ITALIMPIANTI en 1976 puis achevés par la société ITALCONSUIT.

Les essais ont débutés en décembre 1985. L'essai global et le démarrage ont été effectués fin juin 1986[3].

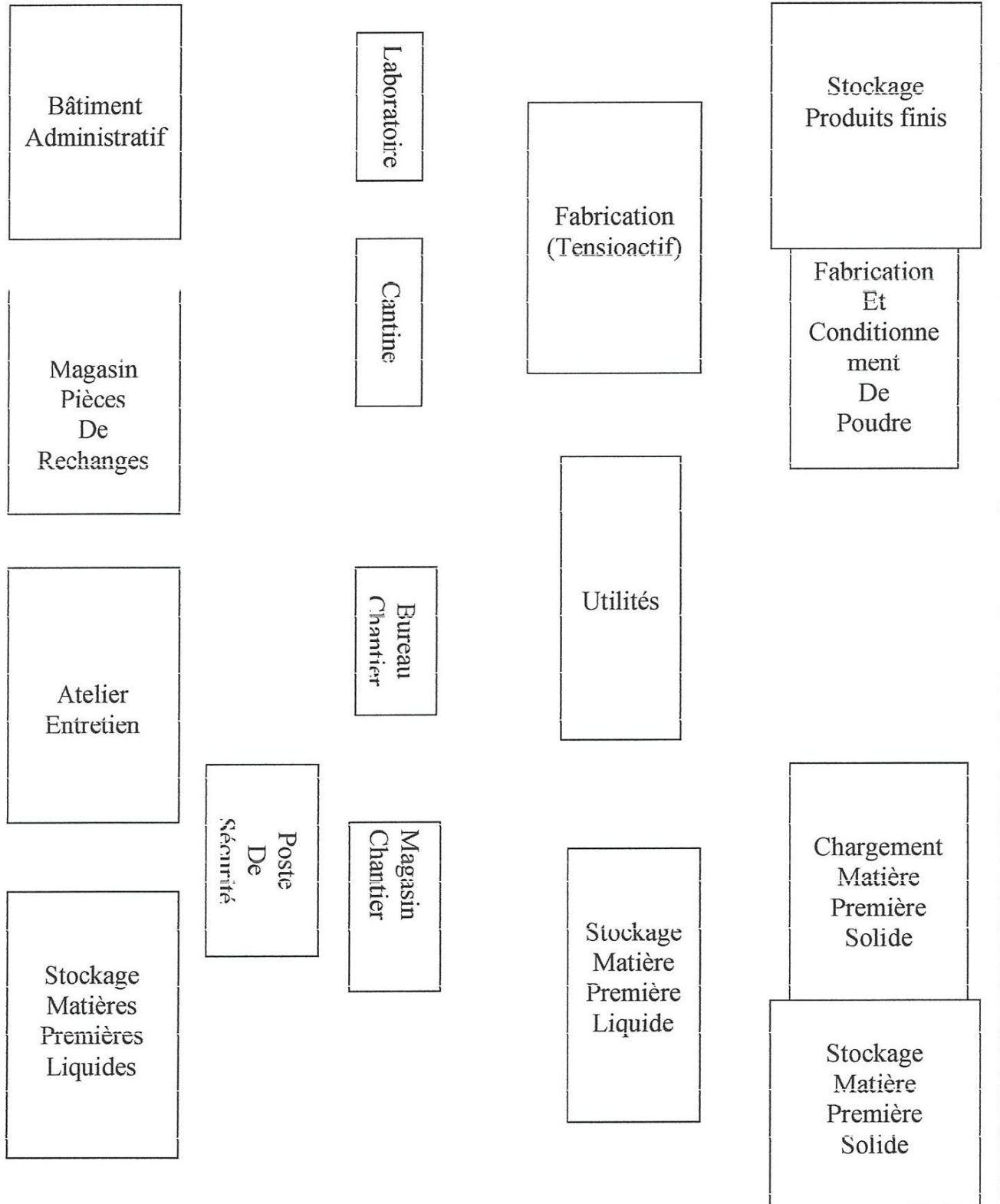
La superficie du complexe est de 23 hectares répartie sur plusieurs unités qui sont :

- Unités stockage des matières premières solides et liquides.
- Utilités
- Fabrication et emballage
- Magasin des produits finis
- Bâtiments technico-administratif et social
- Magasin des pièces de rechanges
- Laboratoires
- Les unités de production
- Poste de sécurité

Le complexe a les capacités de productions suivantes :

- Détergents en poudre moussante.....48000 T/AN
- Récurant.....6000 T/AN
- Produits semi finis8000 T/AN

ENTREE



CHAPITRE III

GENERALITE SUR LES DETERGENTS

III: GENERALITE SUR LES DETERGENTS

III-1 Définition d'un détergent :

Un détergent synthétique est un produit possédant un pouvoir nettoyant, c'est à dire capable de libérer une surface quelconque des salissures qui le contaminent en les mettant en solution ou en dispersion[2].

III-2 Structure des détergents :

Les détergents ont une structure moléculaire dissymétrique constituée de deux parties :

Une partie hydrophile ayant une grande affinité pour l'eau.

Une partie hydrophobe, insoluble dans l'eau.

Généralement, on représente de telles molécules comme le montre la Figure III-1.

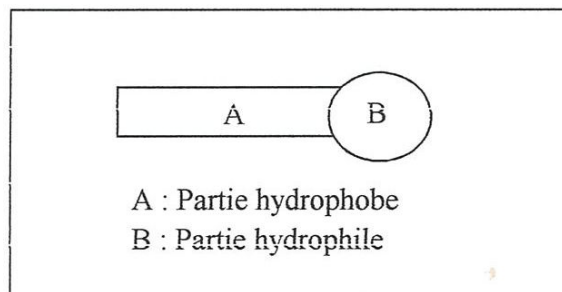


Figure III.1 : Représentation des molécules tensioactives

III-3 constituants des détergents :

Malgré la complexité, la diversité et la constante et rapide évolution des formulations utilisées dans le domaine des détergents [4], il est possible de classer les constituants d'un détergent en quatre catégories:

- Matières actives
- Les adjuvants actifs (builders)
- Les additifs divers
- Et les charges

III-3-1 Matière actives :

La matière active dans un détergent correspond au tensioactif. Les plus utilisés sont les non-ioniques constitués de 7 à 11 molécules d'oxyde d'éthylènes et les anioniques. A l'origine des détergents en poudre, les anioniques utilisées étaient du tétrapropyl de benzène de Sodium. Depuis la loi sur la biodégradabilité ils ont été

substitués par les alkylaryl sulfonâtes linéaires. Le n-dodecyl benzène sulfonâtes de sodium: ($C_{12}H_{25}C_6H_4SO_3Na$) est actuellement le détergent le plus utilisé pour sa biodégradabilité qui est supérieure à 90%.

III-3-2 Les adjuvants actifs :

Ils constituent la majeure partie des détergents et leur rôle est très important pour améliorer la solubilité des salissures, empêcher leur ré-déposition, régler le PH nécessaire et faciliter le rinçage.

III-3-2-1 Silicate de sodium $nSiO_2Na_2O$:

C'est une substance résultant du traitement thermique d'un mélange de carbonate de sodium et de sable (silice) pure. Elle est utilisée dans les détergents en raison de ses propriétés mouillantes, alcalinisant, stabilisantes des peroxydes, anti-redéposant, défloculantes et en fin inhibitrices de corrosion.

III-3-2-2 Tripoly phosphate de sodium (STPP) $Na_5P_3O_{10}$:

Le STPP est l'un des constituants de base des lessives ménagères en poudre. Ils entre à des doses parfois très élevés (>40%). Ce sont des agents dégraissants, ils sont caractérisés par leur granulométrie et leur faible teneur en eau.

Le STPP est utilisée dans les détergents en raison notamment de son pouvoir adoucissant et séquestrant des ions Ca^{+2} , Mg^{+2} , F^{+2} ; en formant des complexes stables et solubles dans l'eau, il évité le dépôt de chaux sur les tissus. Ils jouent aussi le rôle de dispersant ou défloculant (il en ramollit les dépôts et les disperse sous formes de pseudo-colloïdale). Le STPP est aussi un agent d'alcalinisation et il possède un effet tampon (9.5-10).

III-3-2-3 Le carbonate de sodium :

De formule Na_2CO_3 c'est un agent de lavage du coton à l'ébullition. C'est un sel tampon qui donne un PH=11.2 et un produit d'addition alcalin dans les formulations des détergents, permettant de saponifier les souillures grasses d'origine animal ou végétale.

III-3-3 Les additifs divers :

Ce sont des substances utilisées en faibles quantités pour augmenter les propriétés des adjuvants ou des agents tensioactifs.

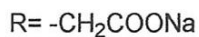
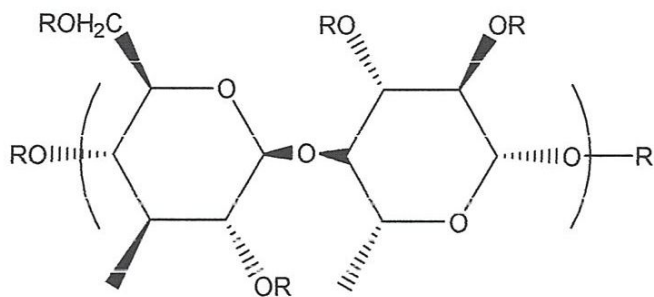
III-3-3-1 Perborate de sodium ($Na_2(B_2(O_2)_2OH_4),6H_2O$) :

Il a la propriété de se décomposer en présence d'eau vers 60-70°C en donnant de l'eau oxygénée. C'est un excellent détachant, décolorant, oxydant et un agent de

blanchissement. Combiné à des renforçateurs de blanchissement tel que le tétra acétylène diamine (TAED), son action est améliorée à température plus basse.

III-3-3-2 La carboxyle méthyle cellulose (CMC) :

Appelé également cellulose- glycolate, qui est préparé par action du n-chloroacétate de sodium sur un alcali-cellulose. Sa formule est :



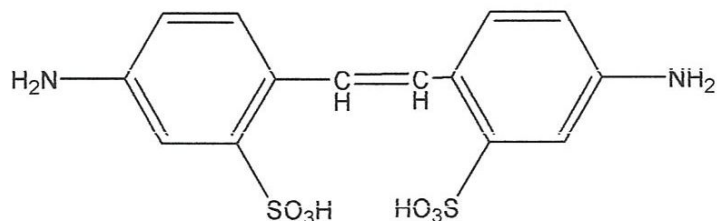
Le CMC est très employée en tant qu'agent anti ré-déposition. Cependant elle exerce une action uniquement sur les fibres contenant du coton. Dans le cas des textiles synthétiques des dérivés cellulosiques et divers tensioactifs tel que des alkyl amine se sont révélés être efficaces.

Ils sont utilisés pour les propriétés suivantes : Anti ré-déposition, épaississant et dispersant.

III-3-3-3 Azurants optiques (Agent de blanchissement optique "ABO") :

Ils sont employés pour améliorer l'impression sensorielle provoquée par la blancheur de textiles lavés avec des détergents pourvus en ces substances. Ces agents se fixent sur le tissu et ont la propriété de renvoyer sous forme de lumière visible, la lumière UV qu'ils reçoivent en augmentant ainsi la luminosité du tissu lavé.

La majorité de ces substances dérivent de l'acide diamino-stilbene-disulfonique, de formule chimique suivante:



III-3-3-4 Toluene sulfonate de sodium (STS) $CH_3-C_6H_4SO_3Na$:

Utilisé pour la correction de la viscosité de slurry, c'est un hydrotrope c'est à dire facilitant la solubilité d'agent tensioactif sensible au ré largage en solution aqueuse concentrée en présence d'électrolyte.

III-3-3-5 Les enzymes :

Ce sont des substances organiques d'origine biologique introduites dans le détergent pour dégrader les substances difficiles à éliminer au cours de lavage.

Il existe différentes formes d'enzymes comme :

- **Les protéases :** Éliminent les taches de sang, œuf,...etc.
- **Les lipases :** Décomposant les graisses.
- **Les celluloses :** Attaquant les fibrilles de coton. Ils sont d'une utilisation plus récente.
- **Les amylases :** Ils hydrolysent l'amidon et facilitent ainsi le désencollage des tissus et l'élimination des taches albuminoïdes. Les enzymes ont une brillante apparition dans les détergents ménagers, mais des cas d'allergie en ont très vite limité leur emploi.

III-3-3-6 Promoteurs et régulateurs de mousse :

L'importance de la mousse dans certaines situations doit être contrôlée par addition d'anti-mousse ou de savon.

III-3-3-7 Les parfums et colorants :

Ce sont des matières organiques industrielles odorantes dont la composition et l'odeur sont très variables selon l'origine de ces matières. Elles peuvent être d'origine naturelle (extrait végétal : violette, fougère, lavande).

Elles sont introduites dans les poudres en mélange direct avec les constituants du détergent. Dans les liquides elles sont généralement émulsionnées à l'aide d'un émulateur non ionique.

Les colorants sont ajoutés en qualité de facteur de vente important aux yeux de la ménagère. Leurs choix doivent se faire en harmonie avec l'odeur du parfum utilisé.

III-3-4 Les charges :

Ce sont essentiellement constituées d'eau et de sulfate de sodium Na_2SO_4 . Ce dernier est un sel d'acide fort et de base forte en solution aqueuse, son PH est neutre. Il est couramment utilisé comme charge dans les détergents en poudre (25-40%).

Il facilite le contact entre le tensioactif et les surfaces à laver et a une action positive sur la formulation des sphérules de poudre. Ils jouent notamment le rôle de fluidisant, et d'anti-mottant et contribue ainsi à la solubilité du détergent.

III-4 Classification et domaine d'application :

Les agents de surface ou tensioactifs sont des composés chimiques dont les solutions, même très diluées, possèdent le pouvoir de modifier les propriétés de surface[5].

Les agents de surface sont des composés comprenant une partie hydrophile soluble dans l'eau et une partie lipophile soluble dans les huiles et les matières grasses.

Il existe actuellement quatre types d'agents de surface, la classification de ces composés tient compte du genre de groupement hydrophobes dont dépend le comportement de ces composés dans les solutions aqueuses.

III-4-1 Les anionique :

La partie hydrophobe ou chaîne grasse porte la partie anionique du sel qui est le plus souvent de type sulfonâtes ou sulfate alcalin.

Exemple : l'alkyl sulfonâtes de sodium : RSO_3Na^+

L'alkyl sulfate de sodium : ROSO_3Na^+

En comparant avec les savons, les sulfonâtes présentent plusieurs intérêts :

- Une solubilité grand de la fonction sulfonâtes et sulfate par rapport à la fonction carboxylate.
- Stabilité de la fonction sulfonâtes et sulfate vis-à-vis de l'hydrolyse.
- Une solubilité plus grande de leurs sels de calcium par rapport aux sels de calcium des savons.

C'est ce qui leur confère d'excellentes propriétés de détergent en plus des propriétés moussantes, mouillantes et émulsifiantes.

III-4-2 Les cationiques :

La partie hydrophobe porte la partie cationique du sel, qui est le plus souvent un sel d'ammonium fixe directement sur une chaîne grasse.

Exemple : l'halogénure de trialkyl d'ammonium

Leurs intérêts résident dans leurs propriétés bactéricides et fongicides qui les rendent très utilisés dans l'industrie pharmaceutique et dans les cosmétiques. Ils sont

également utilisés lors des dégraissages à sec et dans l'industrie textile entrant comme agents antistatiques, adoucissants et assouplissants.

III-4-3 Les non-ioniques :

La partie hydrophile des non-ioniques est une succession de groupements polaires de types polyesters permettant leur solubilisation dans l'eau et leur utilisation dans une gamme étendue de PH, de même qu'en présence d'électrolytes en eaux dures.

Exemple : le mono phénol polyéthylène $C_9H_{19}-C_6H_4(-O-CH_2-CH_2)_4-OH$; de plus le degré d'hydrophile de ce type de surfactant varie suivant la valeur de (n), ce qui présente un grand intérêt vu leur utilisation possible tant qu'agent émulsifiants, mouillants et détergents.

III-4-4 Les amphotères :

Ces composés chimiques ont la particularité d'avoir la structure anionique et cationique.

Exemple : $R-N-CH-COO$

Ce type de composés présente en particulier une affinité vis-à-vis de la kératine un autre avantage est leur faible toxicité et leur haute biodégradabilité.

Ils sont utilisés en cosmétologie et possède une bonne propriété moussante, mouillante, émulsifiante et un pouvoir détergent excellent, même en eau froide et en eau dure. Ils sont également insensibles au PH.

CHAPITRE IV

**PROCEDES DE
FABRICATION DES
DETERGENTS POUDRES**

IV: PROCEDES DE FABRICATION DES DETERGENTS POUDRES

IV-1 Rôle de chaque matière première :

Chaque matière première qui compose le produit fini à un rôle bien déterminé. Ces matières sont classées en trois grands groupes à savoir[3]:

- Les substances minérales ou adjuvants :

Elles constituent la majeure partie des détergents et leur rôle est très important pour améliorer la solubilité des salissures, régler le PH nécessaire, empêcher la ré-déposition des salissures après le lavage et faciliter ainsi le rinçage.

- Les additifs :

Ce sont des substances dont la présence en faible quantité augmente les propriétés des adjuvants ou des agents tensio-actifs ; elles communiquent à la poudre détergente des qualités particulières ayant trait à la protection du support à l'aspect des pièces lavées. Elles peuvent modifier la couleur du détergent et améliorer l'attrait du produit pour la clientèle.

- Les agents tensio-actifs :

Ce sont des agents qui modifient la tension superficielle de l'eau et provoquent les effets de mouillage de meilleur pénétration de décollement des salissures ainsi que les effets de moussage et d'anti ré-déposition qui facilitent et simplifient le rinçage.

***Rôle des adjuvants :**

Les adjuvants sont des composés complémentaires ayant des propriétés qui complètent l'action spécifique du lavage.

Leurs actions multiples comprennent, l'adoucissement de l'eau pour accroître l'efficacité du surfactif, la réduction de la redéposition de la salissure et l'entretien de la constance de l'alcalinité [7].

Les principaux adjuvants et leurs rôles sont reportés dans le tableau IV.1.

Adjuvants	Rôles
- CMC Carboxyle méthyl cellulose	- Anti redéposant - Epaississant - Renforceur - Augmente la viscosité
- Parfum	- Possède une affinité pour la fibre textile
- NaCl	- Agent de correction de la viscosité - Dispersant - Contrôleur de mousse
- ABO Agent blanchissant optique	- Brillance - Eclat - Subsistance au rinçage
- STPP Triphosphosphate de sodium ($\text{Na}_2\text{P}_3\text{O}_{10}$)	- Séquestrant - Adoucissant - Dispersant - Déflocculant - Anti redéposant - Agent d'alcalinisation. - Agent de structure - Effet tampon - Evite l'entartrage des appareils
- Sulfate de sodium Na_2SO_4	- Charge, diluant.

Tableau IV.1: Les principes adjuvants et leur rôle

IV-1-1 Matière minérales et leurs rôles :

➤ Triphosphosphate de sodium :

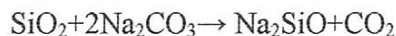
C'est un agent dégraissant servant au lavage de coton, son rôle est multiple :

- Il adoucit les eaux dures en formant avec les sels de calcium et de magnésium des complexes solubles, évitant ainsi les dépôts calcaires sur le linge et les machines.

- Il disperse les salissures et intervient directement dans les phénomènes de détergence en synergie avec les agents de surfaces
- Il maintient une alcalinité convenable; le PH des solutions de tripolyphosphate de sodium est de 9.5 à 10, niveau satisfaisant pour l'efficacité du lavage sans agressivité pour les fibres.

A. Silicate de sodium Na_2SiO_3 :

C'est une combinaison de silice et de carbonate de sodium



Qui donne une solution visqueuse de haute stabilité, cette solution confère un effet d'anti ré-déposition au cours de lavage et facilite le rinçage. Le silicate de sodium possède aussi un pouvoir d'inhibiteur de corrosion qui permet une meilleure conservation des intensités métalliques et du matériel de lavage.

B. Perborate de sodium :



C'est un produit oxydant qui régénère l'oxygène quand ces solutions sont portées à des températures supérieures à 60°C.

Il est utilisé dans les formulations de poudres non moussantes et agit en tant que blanchisseur, c'est de ce fait un excellent détachant et décolorant.

C. Sulfate de sodium (Na_2SO_4) :

Il est couramment utilisé comme charge pour la fabrication des détergents en poudre.

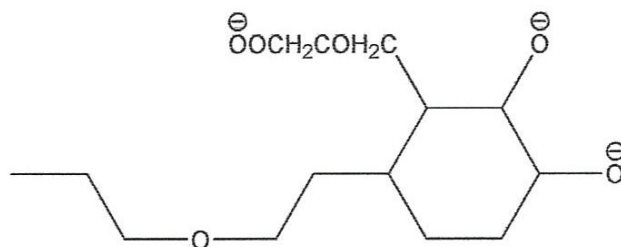
IV-1-2 Matières organiques et leurs rôles :

➤ Carboxy-méthyle cellulose (CMC) :

Les salissures solides, enlevées du tissu lavé doivent être maintenues en suspension stable dans le bain de lavage et ne doivent pas avoir tendance à se redéposer de façon uniforme sur les objets lavés en provoquant leur graissage. Le maintien de ces particules de salissures en dispersion dans le bain est lié au pouvoir anti ré-déposition du détergent.

➤ Le dodécyl benzène sulfonates de sodium :

N'a pratiquement pas cette propriété. L'addition de certains polymères permet d'améliorer de façon spectaculaire le pouvoir anti ré-déposition du détergent formulé, le plus utilisé est la carboxyle-méthyle cellulose :



Cette cellulose, sous forme soluble, évite le grisage du linge; elle est parfois remplacée totalement ou particulièrement par d'autres polymères comme les hydroxydes de méthyle celluloses.

➤ Toluène sulfate de sodium :



Il est utilisé pour réduire la viscosité du slurry et rendre la brouille plus fluide.

IV-2 Fabrication des détergents poudres :

IV-2-1 Procédés de fabrication de la matière active (DDBSNa) :

IV-2-1-1 Procédés d'obtention du SO_3 :

Le procédé utilise le gaz SO_3 comme un agent de sulfonation. La première phase de ces procédés consiste au traitement de l'air et parallèlement à la fusion du soufre.

1. Traitement de l'air :

L'air prélevé de l'extérieur est comprimé et déshumidifié au moyen de :

- Une unité de refroidissement (réfrigération à fluide « éthylène glycol »).
- Une tour de déshumidification à silica-gel.

Le but de refroidissement est d'éliminer toute l'humidité de l'air et d'envoyer cet air à basse température à la tour suivante de déshumidification pour favoriser l'absorption de l'eau dans le silica-gel

- *Fonctionnement* :

L'air filtré est refroidi le plus possible au moyen de l'eau de réseau. Le compresseur envoie cet air au groupe de réfrigération, qui refroidit l'air jusqu'à $2^\circ C$ par le fluide intermédiaire « éthylène glycol » maintenu à température constante. Après cela l'air passe dans une tour cylindrique divisée horizontalement en deux parties contenant du silica-gel. Ces deux couches de silica-gel sont appuyées sur

des filets. Au moment où la première couche du silica-gel effectue la déshumidification la deuxième couche est en régénération. La régénération se produit en réchauffant avec de l'air à $140\div 180^{\circ}\text{C}$ la couche de silica-gel saturée. Après l'épuration totale de l'air[7], ce dernier passe au four de combustion du soufre.

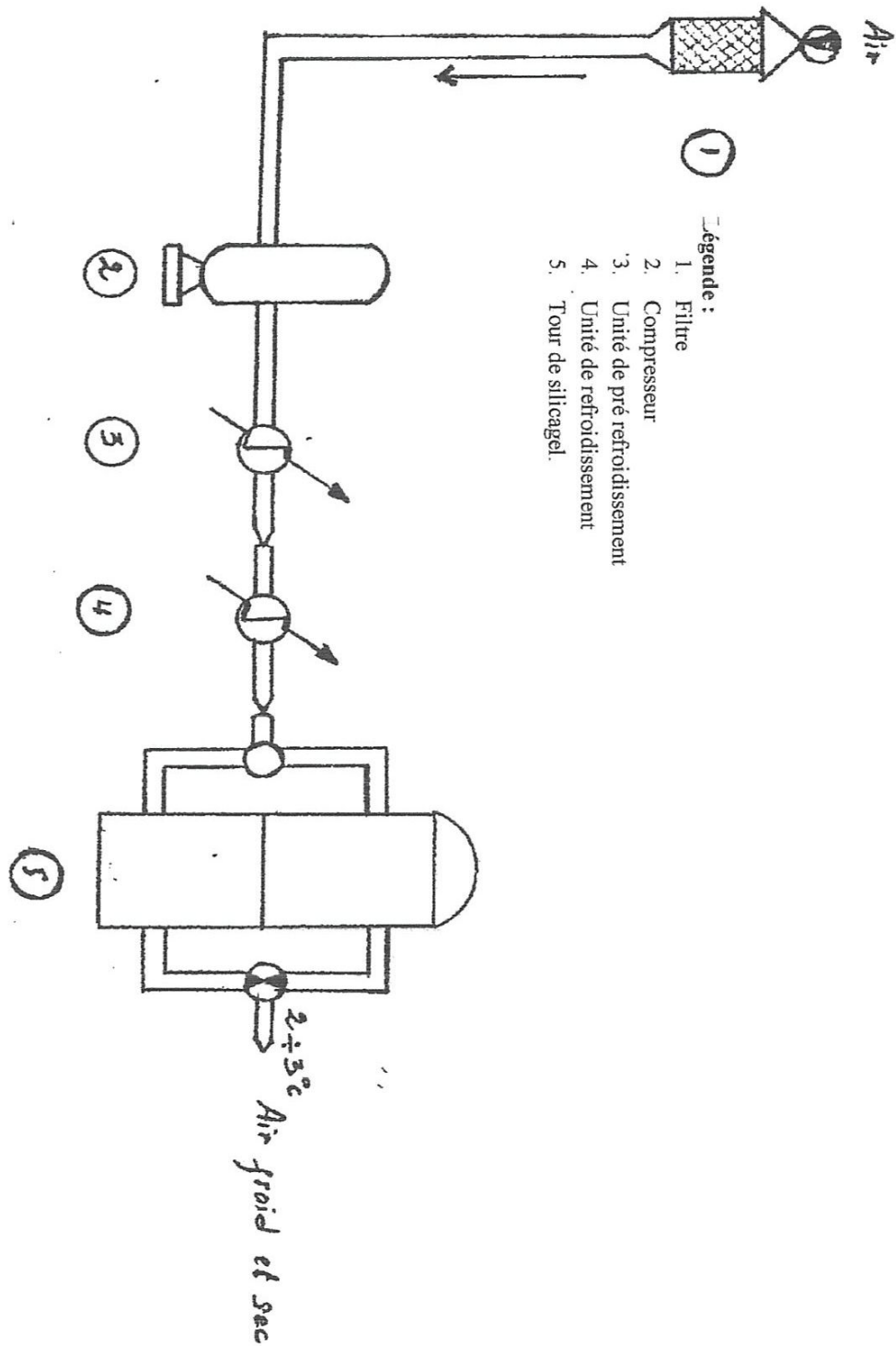
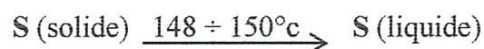


Figure IV.1 : Traitement de l'air

2. Fusion du soufre :

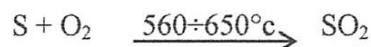
Le soufre à l'état solide est chargé dans la cuve de fusion (fondu) à une température de 148°C à 150°C, on obtient le soufre à l'état liquide.



Le soufre fondu décanté se libère d'éventuelles impuretés contenues dans la matière première. A l'aide de conduites chemisées le soufre passe à travers un filtre puis arrive à un bac de stockage; de ce dernier soufre fondu est pompé vers une cuve intermédiaire.

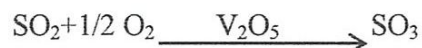
3. Combustion du soufre :

Le soufre fondu au niveau de la cuve intermédiaire est envoyé au four de combustion à l'aide d'une pompe doseuse ou il rencontre à contre-courant l'air traité. A ce stade on assiste à la combustion du soufre :

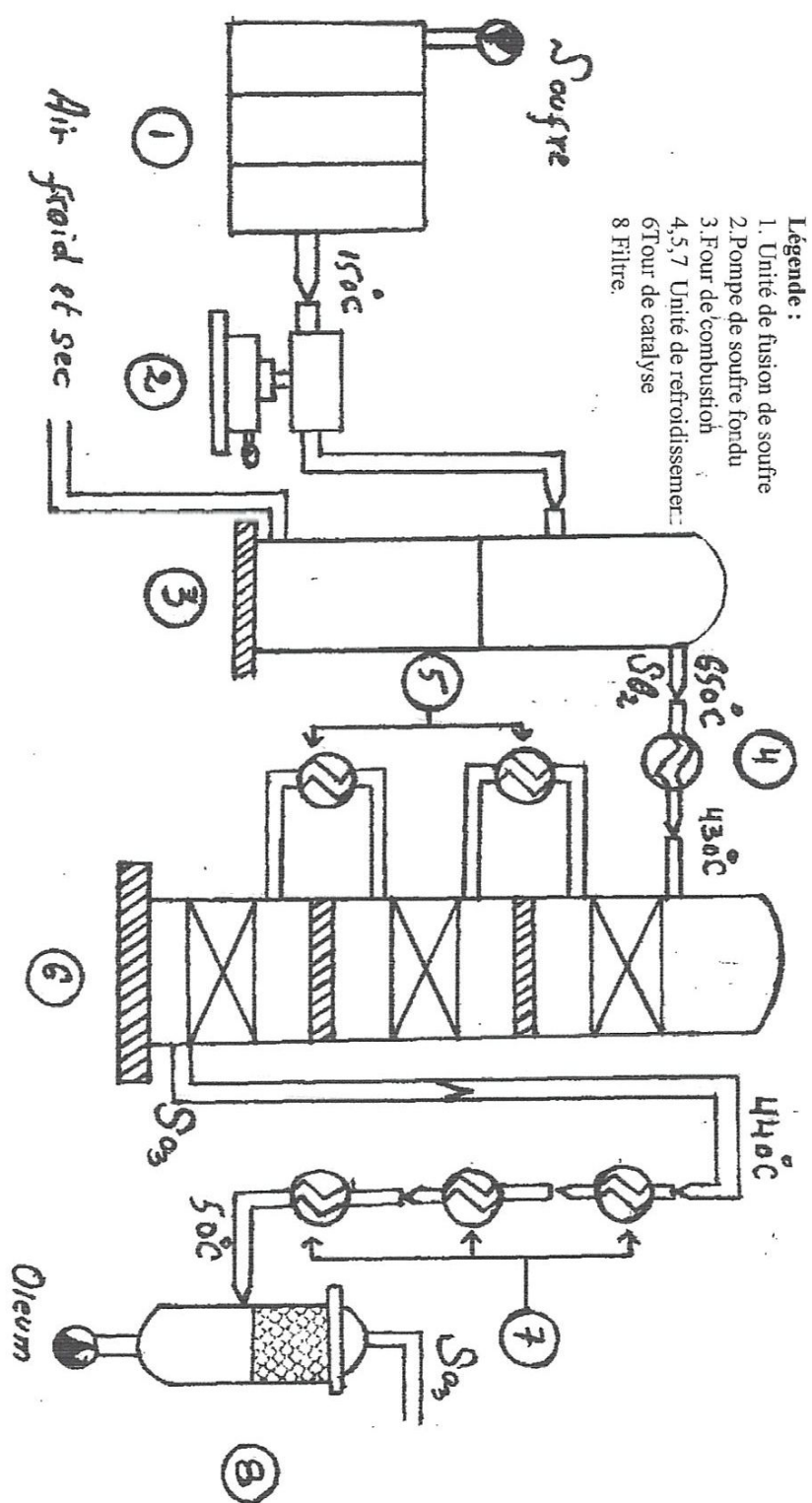


4. Conversion du SO₂ :

Le flux de gaz est ensuite véhiculé vers un changeur où on assiste à un refroidissement de 650°C à 400°C. Le gaz passe à travers une station d'oxydation, le catalyseur utilisé est penta-oxyde de vanadium « V₂O₅ ».



La tour de catalyse est constituée de trois zones ; chaque zone est composée d'une couche de catalyseur et d'espaces prévus pour l'entrée et la sortie des gaz. Ces zones sont traversées de façon successive par des gaz en conversion passant de la première à la deuxième et de la deuxième à la troisième, grâce aux échangeurs intermédiaires.



Légende :
1. Unité de fusion de soufre
2. Pompe de soufre fondu
3. Four de combustion
4, 5, 7 Unité de refroidissement
6 Four de catalyse
8 Filtre.

Figure IV.2 : Procédés de l'obtention du SO_3

Lorsque la mise en marche, le degré de conversion est relativement bas la chaleur se développe progressivement portant la température à l'intérieur de la tour à un degré approprié et provoquant ainsi une augmentation de la vitesse de réaction jusqu'à atteindre un taux de conversion constant (96% ÷ 97%).

Lorsque l'installation fonctionne normalement, les échangeurs intermédiaire est la fonction uniquement de ramener les gaz de réaction à une juste température de 430°C à l'entrée de chaque zone. Une fois l'opération de la conversion est achevée, le SO₃ passe à travers des échangeurs abaissent la température pour obtenir le gaz à une température de 50°C à 60°C qui sera envoyée aux réacteurs de sulfonation après son passage à travers un filtre.

IV-2-1-2 Procédé de la sulfonation :

La principe de base du procédé de sulfonation.

Il consiste à faire réagir une matière première à l'état liquide qui est le dodécyl benzène (DDB) avec le gaz SO₃.

L'unité de sulfonation comporte plusieurs réacteurs de dimensions variables selon la capacité de l'installation.

Le SO₃ entre dans les appareils de sulfonation en parallèle et y rencontre la matière première qui passé à cascade à travers les réacteurs.

Dans turbines à haute vitesse dispersant les gaz de SO₃ dans la matière première (DDB). Afin de garantir un épuisement parfois de SO₃.

A l'intérieur des réacteurs, il y a des serpentins afin d'enlever tout de suite la remarquable chaleur de réaction qui s'est développée.

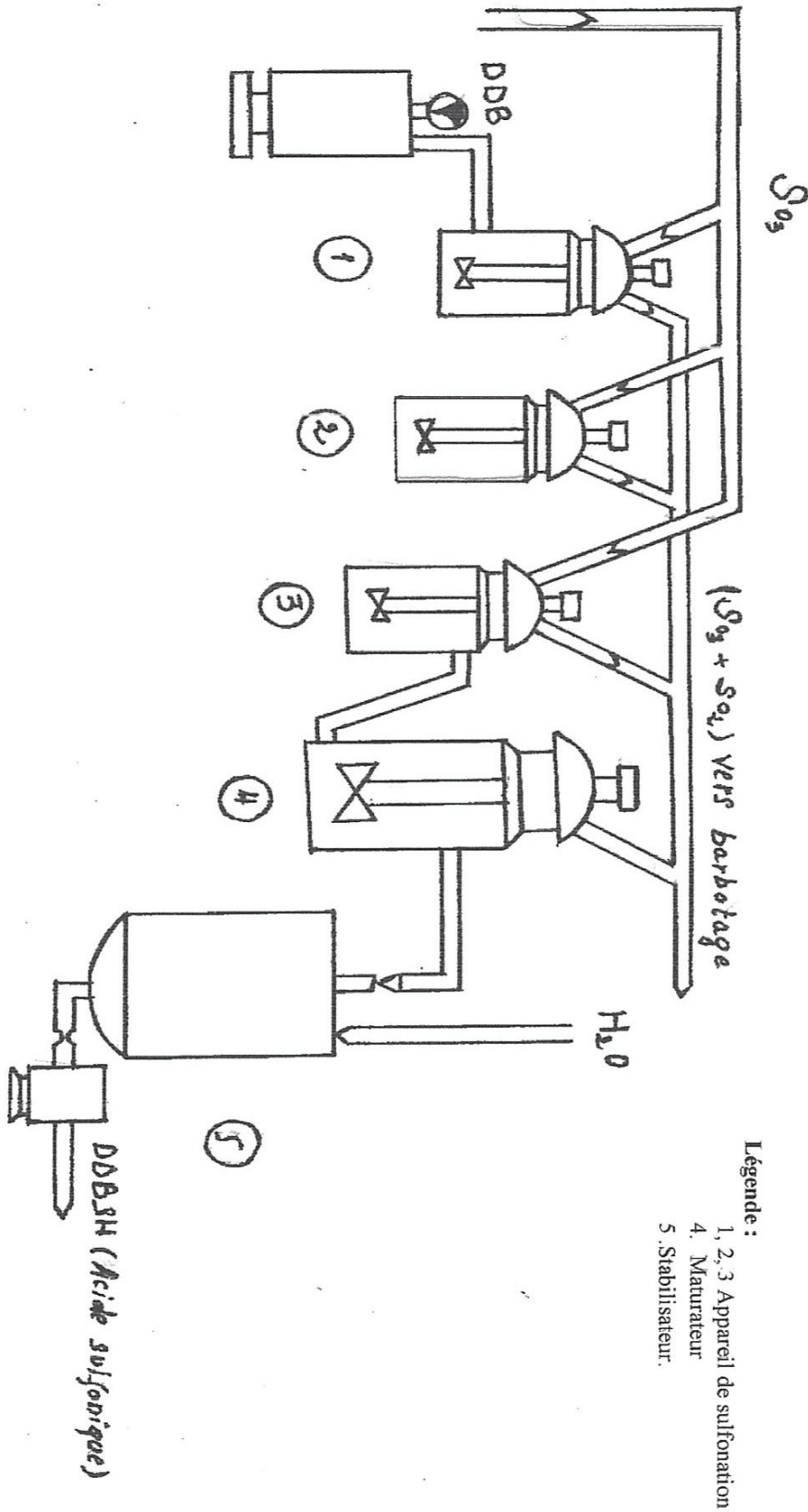
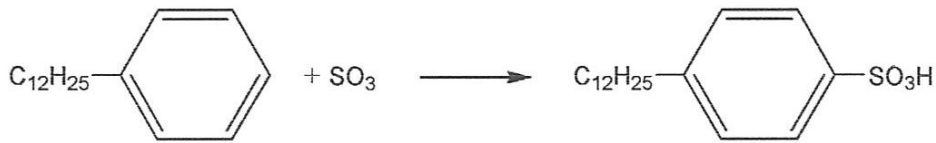


Figure IV.3 : Procédés de sulfonation

On assiste enfin à la réaction de sulfonation à température (50±60°C):



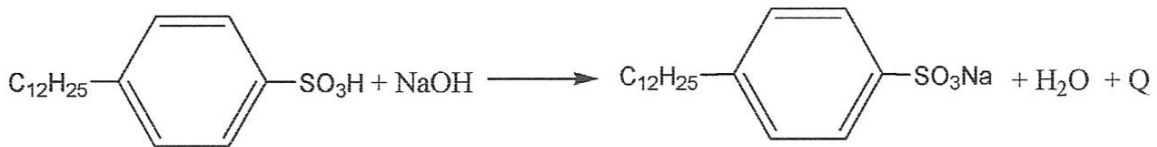
Le produit ainsi sulfoné passe dans la station de maturation toujours par trop-plein ou on assiste à un épuisement total du surplus de SO_3 dissout dans l'acide sulfonique (DDBS), grâce à une légère quantité d'eau ayant pour rôle d'hydrolyser SO_3 et de stabiliser l'acide sulfonique.

IV-2-1-3 Procédé de neutralisation :

La produit passe de la section de sulfonation aux autres unités de neutralisation ou il est neutralisé en continu avec une quantité stœchiométrique d'agents neutralisants ; ce dernier est en général de la soude caustique en solution à 40%, dosée au moyen d'une pompe doseuse.

La valeur convenable du PH de la pâte neutralisée est contrôlée au niveau du laboratoire.

Les réactions qui se déroulent sont les suivantes :



Après la neutralisation, le produit passe par le trop plein au réservoir d'homogénéisation, et enfin vers le bas de stockage grâce à une pompe.

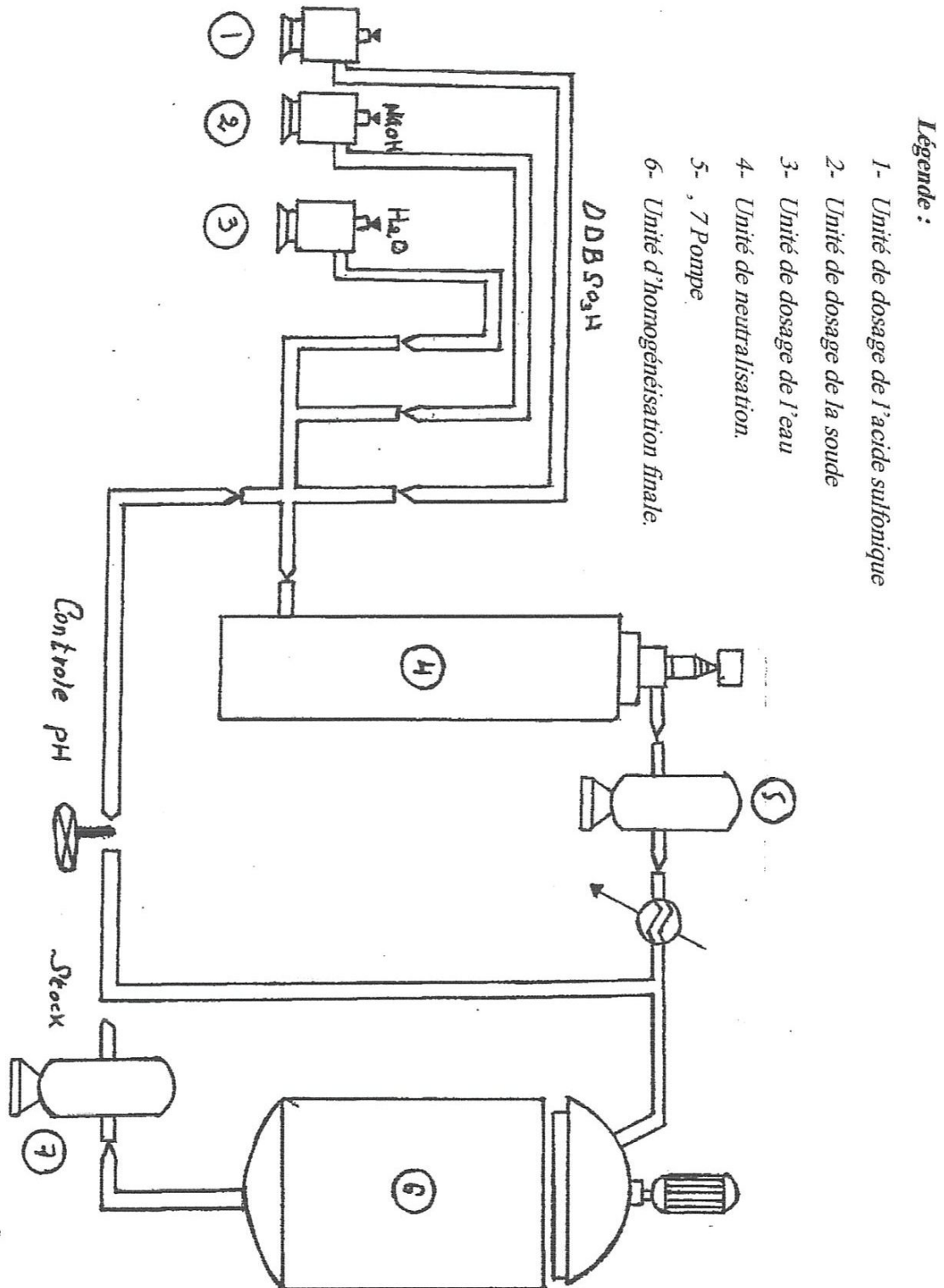


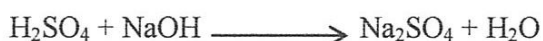
Figure IV.4 : Procédés de neutralisation

IV-2-1-4 Traitement de gaz épuisés :

L'unité d'abattage et de lavage des gaz épuisés est projetée pour éliminer la presque totalité des substances susceptibles de contaminer l'environnement.

Les gaz épuisés provenant des réacteurs passent à travers un cyclone et un appareil d'élimination de la buée qui se charge d'abattre les nuages acides avant d'arriver dans le filtre de SO₃.

Le SO₃ réagit avec l'eau en se transformant en acide sulfurique qui est déchargé et neutralisé. De cette façon on a pratiquement éliminé tout le SO₃ contenu dans le gaz en le transformant en sulfate de sodium selon les réactions suivantes.



Le reste des gaz (O₂, N₂, trace de SO₂ et les vapeurs de DDBSH) est ensuite aspiré par un second ventilateur vers une tour de lavage pour éliminer le SO₂ par NaOH (à contre-courant) suivant la réaction :



Enfin, ces sulfites sont oxydés en sulfates qui sont utilisés par l'unité « 400 » pour la fabrication du poudre.

IV-2-2 La finition des détergents poudres :

Les matières premières solides et liquides sont stockées dans des tanks, et à l'aide des balances, des quantités sont soigneusement pesées et mélangées dans un réacteur après une bonne homogénéisation et une maturation. La slurry chaud passe à travers un filtre pour retenir toutes les impuretés qui peuvent obstruer les buses de pulvérisation.

La bouillie chaude est reprise par la pompe à basse pression puis par une autre à haute pression. Cette dernière fait transformer le slurry bouillie vers la tour de séchage pour obtenir l'atomisation proprement dite au moyen des buses.

La tour d'atomisation est alimentée en air chaud à l'aide d'un ventilateur, à ce stade les fines particules rencontrent l'air chaud à contre-courant et perdent la grande partie de leur humidité. L'air chaud avec un certain taux de poudre fine passe à travers les batteries de cyclones où presque la majeure partie des solides est récupérée et le flux avec les traces de poudre fines est véhiculé à l'aide d'un ventilateur vers la tour de séchage où on assiste à l'abattage et la récupération d'une eau savonneuse qui sera utilisée pour la préparation de slurry. La poudre récupérée dans la cuve inférieure de la

tour et aspirée par l'air lift vers la chambre de détente ou on assiste à une récupération de la poudre fine.

La poudre restante (standard + gras grains) passe à travers deux déchargeurs à double balance ou tamis vibrant. La poudre hors standard est récupérée dans des bacs et transférée vers la fonte pour la dissolution, et réutilisée dans la préparation du slurry. La poudre standard dont la granulométrie correspond aux normes est stockée dans des silos, ensuite elle est parfumée puis envoyée vers le conditionnement.

IV-2-2-1 Préparation du slurry :

La préparation du slurry représente le premier stade de la production des détergents poudres.

Les matières premières entrant dans la formule de composition sont dosées à l'aide de balances dans un mélangeur à agitation qui garantit la parfaite homogénéisation des composants.

La maturation et l'homogénéisation du slurry se continue par la suite dans deux récipients à agitation « maturation du slurry ». L'homogénéisation se complète enfin dans les appareillages situés entre les saturateurs du slurry et les gicleurs.

La préparation en continu admet les avantages suivants :

- Dosage de petits volumes
- Permanences des mélanges dans les appareils
- Contrôle thermique simple
- Degré d'hydratation constant des substances hydratées (viscosité uniforme de la masse).

Le dosage des matières premières se fait grâce à une série de dispositifs automatiques de pesée.

La quantité minimale d'eau vaporisée permet aussi d'avoir un bon rendement à consommation inférieure des combustibles.

Les composants de moindre importance comme, carboxy méthyl- cellulose(CMC), sulfate toluène de sodium(STPP), sont chargés manuellement, les réservoirs des liquides sont munis de niveaux de type à flotteurs. L'alimentation des matières solides intervient grâce aux vis placées sous les silos, tandis que celle des liquides au moyen de soupapes à commande pneumatique. Les composants de balances et des doseuses volumétrique, pèsent et dosent la quantité prés établie dans le récipient statique.

IV-2-2-2 Procédé d'atomisation :

La slurry est vaporisé grâce aux gicleurs d'atomisation, lors de la pulvérisation il rencontre une masse d'air chaud dans la partie supérieure de la tour ; les gicleurs sont équidistants entre eux.

La tour est dotée d'un racleur pour enlever le produit qui s'attache aux parois durant l'atomisation afin de distribuer uniformément l'air chaud en entrée de la tour ; dans la partie basse, est prévu un anneau à couvertures équidistantes et réglables.

IV-2-2-3 Tamisage :

Le produit est recueilli par le ruban transporteur jusqu'à la sortie, puis il est pris par l'air lift ; ce dernier a deux fonctions :

- Transporter le produit séché à une hauteur telle que les opérations successives de tamisage, stockage et addition du produit séché se fassent;
- Favoriser le refroidissement et la cristallisation du même produit.

Le produit qui tombe du ruban encore chaud est aspiré par une masse d'air frais et lors de son ascension à travers la tubulure verticale, subit une cristallisation et un refroidissement dans la chambre de sédimentation. Le produit se sépare de l'air de transport car ce dernier perd la vitesse.

La partie du produit la plus fine (poudre fine) entraînée par l'air, aspirée par un ventilateur est retenue dans un filtre à manche et envoyée dans l'installation pour la récupération de la poudre fine, tandis que le produit séparé de la chambre de sédimentation aux tamis à travers deux échangeurs à double balance qui permettent le déchargement continu du produit en maintenant inchangée la dépression.

Le produit hors standard est récupéré dans des récipients, envoyées ensuite à la dissolution afin d'être réutilisées dans la préparation du slurry. Le produit dont la granulométrie correspond au standard est envoyé aux silos de stockage par deux rubans transporteurs à marche à double sens. Ces silos sont dotés de deux agitateurs à air comprimé qui servent à éviter la formation de ponts.

IV-2-2-4 Récupération des poudres fines :

L'air chaud provenant de la tour d'atomisation contenant la grande partie de la production horaire de la poudre fine passe à travers une batterie de cyclones dans laquelle intervient la séparation de la poudre fine ; ces poudres sont déchargées à l'aide de déchargeurs à double balance dans le circuit poudre fine ; cette quantité est soit recyclée dans la tour d'atomisation, soit utilisée pour la fabrication des récurrents. De même, la poudre fine séparée au niveau de la chambre de détente à l'aide d'un

d'autre ventilateur, passe dans le circuit et elle est aussi soit recyclée au niveau de la tour, soit utilisée pour la fabrication des récurrents.

L'air chaud avec les traces de poudres fines est envoyé par l'intermédiaire d'un grand ventilateur vers la tour de lavage.

Au niveau de l'équipement, ont procédé à l'abattage des poudres fines avec une solution de saumure pour éviter la formation de mousse et récupération des eaux savonneuses qui seront utilisées lors de la préparation du slurry.

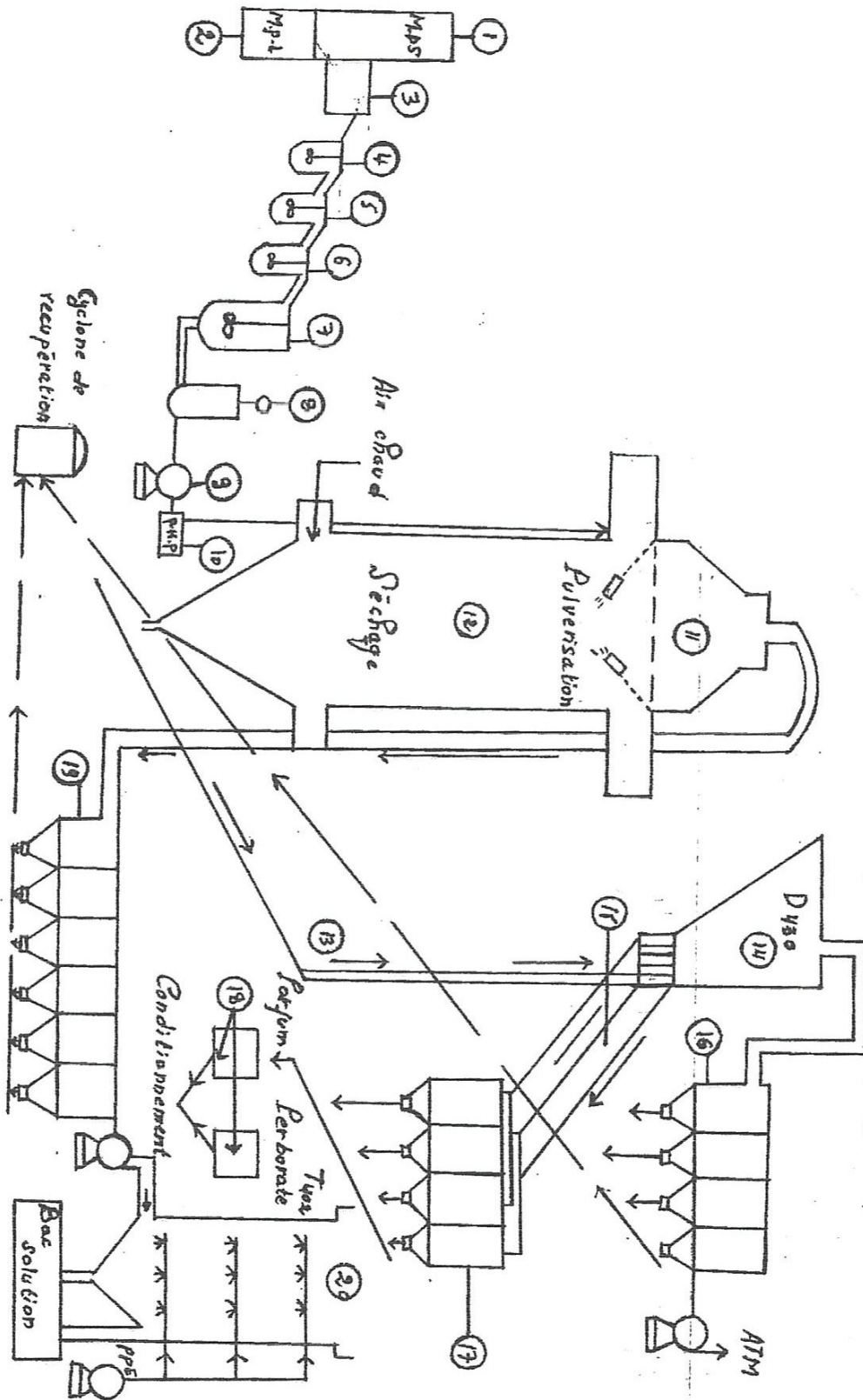


Figure IV.5 : Process d'atomisation.

Légende de la figure IV.5 :

1. Tanks d'alimentation des matières premières solides
2. Tanks d'alimentation des matières premières liquides
3. Doseur
4. Neutralisateur
5. Mélangeur
6. Maturateur N°01
7. Maturateur N°02
8. Filtre
9. Pompe basse pression
10. Pompe haut pression
11. Buses d'atomisation
12. Tour de séchage
13. Air lift
14. Chambre de détente
15. Tamis vibrant
16. Batterie cyclones
17. Silos de stockage de la poudre atomisé
18. Bacs d'addition des poudres thermosensibles
19. Batterie cyclones
20. Tour de lavage.

CHAPITRE V

Analyses physico-chimique de détergent poudre

(ISIS-MU)



V : Analyses physico-chimique de détergent poudre (ISIS-MU)

V-1 Introduction :

Lors de la fabrication des détergents, diverses analyses sont pratiquées à différentes étapes du procédé, Celles-ci concernent :

- Les matières premières entrant dans la fabrication de la matière active et les poudres tel que le soufre, DDB, Soude caustique, CMC, STPP, Silicate de sodium et sulfate de sodium
- L'acide sulfonique (DDBSH)
- La pâte représentant le DDBSNa (Matière active)
- Le slurry
- La poudre atomisée.

L'objectif de ces analyses est d'évaluer l'état du produit, le caractériser en déterminant ses propriétés et en contrôlant leur conformité aux normes exigées. Dans le cas contraire les matières premières seront refusés, quant aux autres produits des corrections sont à proposer afin d'améliorer la qualité du détergent.

V-2 Les analyses physico-chimiques des matières premières :

V-2-1 Analyse du soufre :

V-2-1-1 Détermination du taux d'humidité :

❖ But :

Déterminer la quantité d'eau enfermée dans la matière soufre.

❖ Appareillage :

- Une balance à précision.
- Une assiette.
- Une étuve.

❖ Mode opératoire :

- Mettre l'échantillon de soufre ($P_0=10g$) dans l'assiette et peser (P_1) ;
- Mettre l'assiette avec l'échantillon dans une étuve sous une température de $70^\circ c$ jusqu'à obtention d'un poids constant ;
- Retirer l'assiette de l'étuve, laisser refroidir et peser (P_2).

La différence de poids obtenue correspond à la teneur en humidité contenue dans l'échantillon.

$$\%H_2O = \frac{P_1 - P_2}{P_0}$$

❖ **Résultat et conclusion :**

P ₀ (g)	P ₁ (g)	P ₂ (g)
10	19.21	18.97
%H ₂ O		0.024

Cette valeur est acceptable par rapport à la norme qui est égale à (0.02±0.02)%.

V-2-2 Analyse du sulfate de sodium :

V-2-2-1 Evaluation du PH :

❖ **But :**

Détermination du PH de la solution de sulfate de sodium.

❖ **Réactifs :**

- Eau distillée.

❖ **Appareillage :**

- PH mètre.
- Eprouvette graduée de 100 ml.
- Balance à précision.
- Bêcher de 250 ml.

❖ **Mode opératoire :**

- Préparer une solution de sulfate de sodium par dissolution de 1 g de sulfate de sodium dans 100g d'eau distillée ;
- Mesurer le PH de cette solution par PH mètre.

❖ **Résultat et conclusion :**

PH ₁	PH ₂	PH ₃
7.03	7.10	7.34
PH _{moyen}		7.15

Cette valeur est acceptable par rapport à la norme qui est égale à (7±0.5).

V-2-2-2 Evaluation de la densité :

❖ **But :**

Détermination la densité de sulfate de sodium.

❖ **Appareillage :**

Eprouvette graduée.

❖ **Mode opératoire :**

- Peser une éprouvette de 100 ml (P_1) ;
- Mettre dans cette éprouvette une quantité convenable de sulfate de sodium non tassé jusqu'à la graduation correspondante à 100 ml ;
- Peser l'éprouvette contenant le sulfate de sodium (P_2).

$$D = (P_2 - P_1) \times 10$$

❖ **Résultat et conclusion :**

$P_1(g)$	$P_2(g)$	$D(g/l)$
26.16	41.58	1542

Cette valeur est acceptable par rapport à la norme qui est égale à ($D = 1350 \pm 250$ g/l).

V-2-2-2 Evaluation du taux du sulfate de sodium :

❖ **Principe :**

Précipitation des ions sulfate (SO_4^{2-}) sous forme de sulfate de baryum (insoluble), filtration, lavage et calcination du précipité à 900°C.

❖ **Réactifs :**

- Une solution d'acide chlorhydrique ($D = 1,19$) contenant moins de 10 mg d'ions SO_4^{2-} par litre.
- Une solution de $BaCl_2$ à 10% en masse (dissoudre 100 g de chlorure de baryum déshydraté dans l'eau distillée et compléter à un litre).

❖ **Appareillage :**

- Four électrique (200°C).
- Papier filtre type wattman 42 ou filtre équivalent « pour cristaux fins ».
- Bêcher 500 ml.

❖ **Mode opératoire :**

- Peser exactement 1g de sulfate de sodium (Na_2SO_4) dans un bêcher de 500ml ;

- Faire dissoudre le sulfate de sodium dans 300 ml d'eau distillée et chauffer jusqu'à ébullition ;
- Ajouter quelques gouttes d'HCl concentré ;
- Diluer 20 ml de la solution de chlorure de Baryum (BaCl₂) jusqu'à 100 ml avec de l'eau distillée ;
- Ajouter cette solution goutte à goutte à la première solution (Solution de Na₂SO₄) ;
- Mettre le mélange obtenu en repos pendant une demi-heure ;
- Filtrer ensuite sur papier filtre ;
- Laver le précipité avec de l'eau distillée jusqu'à élimination totale de tous les ions chlorures ;
- Mettre le résidu dans un creuset, ensuite au four préalablement réglé à 900°C pendant environ 30mn jusqu'à obtention d'un poids constant.

Le taux massique de Na₂SO₄ est donné par la relation suivante :

$$\%Na_2SO_4 = (P_2 - P_1) \times 60,94 \times \frac{M(Na_2SO_4)}{M(BaSO_4)} \times 100 = 60,94 \quad ?$$

$M(Na_2SO_4) = 142g/mole$, $M(BaSO_4) = 233g/mole$

P₁ : La masse en gramme du creuset seul ;

P₂: La masse en gramme du creuset contenant le précipité après calcination.

❖ **Résultat et conclusion :**

P ₁ (g)	P ₂ (g)	%Na ₂ SO ₄
53.07	51.47	97.504

Ce résultat est acceptable par rapport à la norme (97-99)%

❖ **Conclusion générale :**

Le sulfate de sodium est donc conforme aux normes exigées.

V-2-3 Analyse du carboxyle méthyl cellulose (CMC) :

❖ **But :**

Déterminer le taux de CMC.

❖ **Réactifs :**

- Solution acide chlorhydrique prête à l'emploi.
- Solution d'hydroxyde de sodium (environ 1N) dans l'alcool éthylique à 95% préparée quelques semaines à l'avance et filtrée si nécessaire.
- Solution phénol-phtaleine (0.2%).
- Ethanol 95%.
- Acétone pure.

❖ **Appareillage :**

- Bêcher de 250 ml.
Creuset en verre fritté N°3.
- Eprouvette de 25 ml.
- Fiole et trompe à vide.
- Agitateur en verre muni d'un embout en caoutchouc.
- Agitateur magnétique avec barreau aimanté.
- Etuve thermostat à 105°C.

❖ **Mode opératoire :**

- Peser exactement 1g de CMC dans un bêcher de 250ml ;
- Ajouter 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique ;
- Neutraliser en présence de quelques gouttes de phénol phtaléine par la solution d'hydroxyde de sodium, et ajouter quelques gouttes en excès ;
- Agiter jusqu'à la précipitation complète de CMC (environ 15 minutes) ;
- Filtrer sous vide sur verre fritté N°3 préalablement taré ;
- Rincer méticuleusement le bêcher avec de l'alcool à 80% à l'aide de l'agitation en verre, puis laver le précipité avec de l'alcool à 95% (50 ml environ) ;
- Laver une autre fois avec 25 ml d'acétone ;
- Filtrer sous vide pendant 5 minutes et peser ;
- Sécher à 105°C jusqu'à atteindre un poids constant (au bout de 4 heures environ), puis peser le précipité séché.



$$\% \text{CMC} = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100$$

m: poids de la prise d'essais de CMC(g) ;

m₁: poids du verre fritté contenant le précipité séché (g) ;

m_2 : poids du verre fritté contenant le précipité avant séchage(g).

❖ **Résultat et conclusion :**

m(g)	m_1 (g)	m_2 (g)	%CMC
1	29.39	30.04	65

Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (65±2)%.

V-2-4 Analyse effectuée sur le silicate de sodium :

❖ **But :**

Déterminer les taux de Na_2O et de SiO_2 .

❖ **Réactifs :**

- Solution d'acide chlorhydrique.
- Indicateur méthyle orange.
- Fluorure de sodium(NaF).
- L'eau distillée.

❖ **Appareillage :**

- Mortier avec pilon.
- Burette automatique.
- Pipette de 50ml.
- Pipette de 100 ml.
- Bécher ou erlenmeyers de 400.
- Fiole jaugée de 500 ml.

V-2-4-1 Détermination du taux de Na_2O :

❖ **Mode opératoire :**

- Mettre dans un bécher de 400ml, 20g d'échantillon écrasé et tamisé ;
- Ajouter 200ml d'eau distillée et faire bouillir le tout pendant deux heures(renouveler l'eau si nécessaires) ;
- Filtrer sous vide et récupérer le résidu dans une fiole jaugée de 500ml ;
- Compléter avec de l'eau jusqu'au trait de jauge et bien mélanger ;
- Prélever un échantillon de 100 ml ;
- Prélever en présence de quelques gouttes d'indicateur méthyle orange ;
- Titrer cet échantillon avec Hcl (2N).
-

$$\% \text{Na}_2\text{O} = \frac{V \times F \times 62 \times 100}{100 \times 20}$$

Avec:

F: facteur de correction (F=1.02) ;

V: volume chuté de Hcl (ml)(nécessaire à la neutralisation) ;

62: masse molaire de Na₂O.

❖ **Résultat et conclusion:**

F	V _{HCl} (ml)	% Na ₂ O
1.02	9.5	30.04

Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (32±3)%.

V-2-4-2 Détermination du taux de SiO₂ :

❖ **Mode opératoire :**

- prendre 100ml de silicate de sodium et verser dans un bécher de 400ml ;
- titrer le Na₂O avec Hcl en présence de quelques gouttes de méthyle orange ;
- ajouter maintenant 10g de fluorure de sodium ;
- titrer encore une fois avec Hcl jusqu'au virage rouge de l'oignon.
-

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{V \times F \times 60 \times 100}{100 \times 20}$$

Avec :

F: facteur de correction (F=1.02) ;

V: volume chuté de Hcl (ml) pour la neutralisation de SiO₂.

❖ **Résultat et conclusion :**

F	V(ml)	%SiO ₂
1.02	20.64	63.15

C'est une valeur acceptable par rapport à la norme (64±2)%.

V-2-5 Analyse effectuée sur le triphosphate de sodium (STPP) :

Les différentes analyses qui se font sur le STPP sont :

- Evaluation de la densité
- Evaluation de la vitesse d'hydratation
- Détermination du taux de STPP

V-2-5-1 Evaluation de la densité :

La même méthode que celle utilisé pour déterminer la densité de sulfate de sodium

$$D = (P_2 - P_1) \times 10$$

D : Densité de STPP ;

P₁ : Poids de l'éprouvette vide (g) ;

P₂ : poids de l'éprouvette remplie (g).

❖ **Résultat et conclusion :**

P ₁ (g)	P ₂ (g)	D(g/l)
26.16	33.20	704

Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (850±250)g/l.

V-2-5-2 La vitesse d'hydratation :

❖ **Principe :**

Mesurer la vitesse d'hydratation à partir de la température.

❖ **But :**

Mesurer la vitesse d'hydratation du STPP.

❖ **Réactifs :**

- L'eau distillée chaude.
- Sulfate de sodium.

❖ **Appareillage :**

- Appareil thermostat.

❖ **Mode opératoire :**

- Mettre dans un appareil isotherme les matières suivantes :
50g de sulfate de sodium, 150g de STPP et 20ml d'eau distillée chauffée à 80°C;
- Agiter le mélange obtenu ;
- Mesurer la température au bout d'une minute à cinq minutes.

La vitesse d'hydratation est donnée par l'expression suivant :

$$V = \frac{\Delta T}{\Delta t}$$

Avec :

$$\Delta T = T_2 - T_1$$

$$\Delta t = t_2 - t_1$$

❖ **Résultat et conclusion :**

$$t_1 = 1 \text{ min} \longrightarrow T_1 = 83.5^\circ\text{C}$$

$$t_2 = 5 \text{ min} \longrightarrow T_2 = 90^\circ \text{C}$$

ΔT ($^\circ\text{C}$)	Δt (mn)	V ($^\circ\text{C}/\text{mn}$)
6.5	4	1.625

Ce résultat est conforme à la norme exigée ($T > 81$ pour $t = 1 \text{ mn}$, et $T > 85$ pour $t = 5 \text{ mn}$).

V-2-5-3 Détermination du taux de STPP :

❖ Principe :

Déterminer le pourcentage de STPP par détermination du taux de P_2O_5 selon la réaction suivante :



❖ Réactifs:

- Solution d'acide chlorhydrique (6N).
- Solution de soude caustique (10N).
- Solution de soude caustique (1N).
- L'eau distillée.

❖ Appareillage :

- Bêcher de 500ml.
- Plaque chauffante à agitation magnétique.
- Barreau magnétique.
- PH mètre.
- Burette graduée.

❖ Mode opératoire :

- Peser 5g de la substance STPP dans un bêcher de 500ml et les dissoudre dans 125ml d'eau distillée ;
- Ajouter 20ml de la solution d'HCl (6N) et porter le tout à l'ébullition ;
- Laisser bouillir avec précaution pendant 10 minute ;
- Refroidir le bêcher jusqu'à une température de 20°C ;
- Ajouter une quantité de la solution de NaOH (10N) afin de pouvoir ajuster le PH à 2,8 et ajouter une quantité de la solution de NaOH (1N) jusqu'à obtention du PH= 3.9 ;
- Titrer avec NaOH (1N) jusqu'à PH=8.5 et noter le volume T.V.M. $100 \cdot 10^3$.ml nécessaire à la neutralisation (Lecture entre PH=3.9÷8.5).

$$\%P_2O_5 = \frac{T.V.M.100}{10.m} \times \frac{1}{3} \times \frac{3}{2} \text{ tel que } \frac{M.100}{10.m} \times \frac{1}{3} \times \frac{3}{2} = 1.42$$

Donc :

$$\%P_2O_5 = V.T.1.42$$

Avec :

T : le titre de la solution d'hydroxyde de sodium exprimé en normalité ;

V : volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium versé entre le 1^{er} et 2^{eme} point d'équivalent;

M : la masse molaire de P₂O₅ (142g/mole);

m : pesé de STPP(5g);

3/2 : car de mole de Na₅P₃O₁₀ correspondants à 3 moles de P₂O₅ ;

1/3 : car de mole de Na₅P₃O₁₀ donne 3 moles de H₃PO₄.

Le taux de STPP est donné par l'expression suivante :

$$\%STPP = \% P_2O_5 \times 1,73 \text{ tel que } \frac{2.M.STPP}{3MP_2O_5} = 1.73$$

Car: M_{STPP} = 368g/mol M_{P₂O₅} = 142g/mol.

❖ **Résultat et conclusion:**

V(ml)	T(N)	%P ₂ O ₅	%STPP
35.5	1	50.41	87.21

Ce résultat est acceptable par rapport à la norme (96max).

❖ **Conclusion générale:**

D'après les résultats d'analyses physico-chimiques effectuées sur les matières premières et leur comparaison aux normes, on peut conclure que toutes ces matières premières ont une bonne qualité et de ce fait elles peuvent être utilisées dans la fabrication de détergent.

V-3 Les analyses de l'acide sulfonique (DDBSH) :

Dans le but de contrôler la qualité de l'acide sulfonique, certaines analyses sont pratiquées, elles consistent à la détermination de :

- Taux de matière active (MA)
- L'indice d'acide

V-3-1 Détermination du taux de matière active :

❖ Principe :

Dans un milieu biphasé (eau et chloroforme) on peut évaluer la quantité de la MA anionique par le titrage volumétrique avec une MA cationique « Hyamine » en présence de l'indicateur mixte : Mélange de colorant cationique (bromure de dimidium) et un colorant anionique (bleu de disulfine).

❖ Réactifs :

- H₂O distillée.
- Chloroforme.
- Indicateur mixte.
- Hyamine.

❖ Appareillage :

- Fiole de 500 ml.
- Pipette de 10 ml.
- Bêcher de 500 ml.
- Burette automatique.
- Agitateur magnétique.
- Balance.

❖ Mode opératoire :

- Peser une petite quantité d'acide sulfonique dans une fiole de 500 ml et diluer dans 500ml d'eau distillée ;
- Mélanger par un agitateur magnétique jusqu'à dissolution complète ;
- Prélever 10 ml de solution préparer et ajouter 15 ml de chloroforme et 15 ml d'indicateur mixte ;
- Titrer avec l'hyamine goutte à goutte sous une agitation automatique jusqu'au virage ou modification de la coloration rose de la phase chloroforme au bleu gris.

$$\%MA = \frac{V.F.M.N.100.V'}{Pesé.V'' \cdot 1000}$$

V : volume chuté de l'hyamine ;

F :facteur de correction de l'hyamine (1.038) ;

M :masse molaire du DDBSH(323.6 g/mol) ;

N :normalité de l'hyamine (0.004) ;

V' :volume d'eau distillée (500 ml) ;

V'' : volume de solution (10 ml).

Pour simplifier la formule (1) on peut déterminer le coefficient K tel que :

$$K = \frac{F.M.N.V'.100}{V''.1000} = 6.59$$

Donc :

$$\%MA = \frac{V.K}{P}$$

❖ **Résultat et conclusion :**

P(g)	V(ml)	K	MA%
1.02	14.7	6.59	95.91

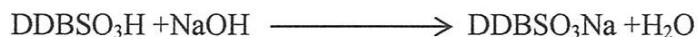
%MA=95.91 Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (96% min).

V-3-2 L'indice d'acide :

C'est l'acidité totale qui nous renseigne sur l'avancement de la réaction ou bien la quantité de NaOH nécessaire pour neutraliser l'acide.

❖ **Principe :**

Déterminer par titrage volumétrique de l'acide sulfonique par la soude (NaOH) en présence de phénolphtaléine.



❖ **Réactifs :**

- Alcool éthylique dans l'eau distillé neutralisé avec NaOH/Hcl contre l'indicateur phénolphtaléine.

❖ **Appareillage :**

- Balance à précision.
- Bécher de 250 ml.
- Agitateur magnétique.
- Pipette de 10 ml.

❖ **Mode opératoire :**

- Peser une petite quantité d'acide sulfonique de 0.26g dans un bécher de 250 ml ;
- Dissoudre dans l'alcool éthylique ;
- Titrer l'acide dilué avec NaOH sous agitation magnétique en présence de quelques grammes de gouttes de phénolphtaléine jusqu'à coloration (virage rose).

$$IA = \frac{VNaOH.Mn}{P}$$

IA : l'indice d'acide ;

M : poids moléculaire KOH (56.1)g/l ;

N : Normalité (0.1) ;

P : pesé d'acide sulfonique ;

V : volume chuté de NaOH.

Pour simplifier cette formule on prend : $F = M \times N$ donc : $F=5.21$

La formule devient :

$$IA = \frac{V.F}{P}$$

❖ **Résultat et conclusion :**

V(ml)	F	P(g)	IA
9	5.21	0.26	180.35

IA=180.35 Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (180±2).

❖ **Conclusion générale :**

Les résultats des analyses sur l'acide sulfonique étant dans les normes, l'acide sulfonique est donc de bonne qualité.

V-4 Les analyse de la pâte (DDBSNa) :

La vérification de la qualité de la pâte obtenue après neutralisation de l'acide sulfonique est faite par pratique des analyses suivantes :

- Détermination du taux de matière active
- Evaluation du PH

V-4-1 Détermination du taux de matière active :

On utilise la même méthode précédente sur l'acide sulfonique, on obtient :

$$\%MA = \frac{Vch.K}{P} \quad K = \frac{F.M.N.V'.100}{V''.1000} = 6.59$$

Avec M : masse molaire de DDBS du Na.

❖ **Résultat et conclusion :**

P(g)	V(ml)	K	MA%
0.90	7	6.59	51.25

%MA= 51.25 Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (50±2)%.

V-4-2 Evaluation du PH :

❖ **But :**

Confirmer la neutralisation.

❖ **Mode opératoire :**

- Lecture sur un PH mètre.

❖ **Résultat et conclusion :**

PH ₁	PH ₂	PH ₃	PH _{moy}
7.5	8.16	8.6	8.08

PH_{moy}=8.08 Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (7-9).

❖ **Conclusion générale :**

Les résultats des analyses sur la pate étant dans les normes, la pâte est donc de bonne qualité.

V-5 Analyse du slurry :

Dans le but de contrôler la qualité de slurry, certaines analyses sont pratiquées, elles consistent à la détermination de :

- Taux de matière active (MA)
- PH

V-5-1 Détermination du taux de matière active :

Par l'application de la méthode précédente pour déterminer le taux de MA dans la pate et l'acide sulfonique on obtient les résultats suivants :

P(g)	V(ml)	MA%
3	4.7	10.32

MA%= 10.32 Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (12±2).

V-5-2 Evaluation du PH :

❖ **Mode opératoire :**

- Lecture sur un PH-mètre.

❖ **Résultat et conclusion :**

PH ₁	PH ₂	PH _{moy}
12.36	11.53	11.94

PH_{moy} = 11.94 Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (10-12).

❖ **Conclusion générale :**

Les résultats des analyses sur la slurry étant dans les normes, le slurry est de bonne qualité.

V-6 Analyse de la poudre atomisée :

Dans le but de contrôler la qualité de la poudre atomisée, certaines analyses sont pratiquées, elles consistent à la détermination de :

- Détermination du taux de matière active
- taux d'humidité
- Evaluation du PH

V-6-1 Détermination du taux de matière active :

On utilise la même méthode précédente, pour déterminé le taux de MA.

❖ **Résultat et conclusion :**

V _{ch} (ml)	K	P(g)	MA%
3	7.05	1.17	18.07

MA=18.07 Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (17±2)%.

V-6-2 Détermination du taux d'humidité :

❖ **But :**

Déterminer la quantité d'eau renfermée dans la poudre.

❖ **Appareillage :**

- Balance de précision.
- Etuve.
- Assiette.

❖ **Mode opératoire :**

- Mettre dans une assiette 10 g de poudre atomisée et peser l'assiette (P₁) ;

- Mettre cette assiette dans une étuve pendant 30 mn sous une température de 150°C ;
- Refroidir l'assiette puis peser (P₂)

$$\%H_2O = \frac{P_1 - P_2}{P_0} \times 100$$

❖ **Résultat et conclusion :**

P ₁ (g)	P ₂ (g)	P ₀ (g)	H ₂ O%
35.99	35.75	10	2.4

%H₂O= 2.4 Cette valeur est acceptable par rapport à la norme (≤4.67).

V-6-3 Evaluation du PH:

❖ **Mode opératoire :**

- Lecture sur un PH-mètre.

❖ **Résultat et conclusion :**

PH ₁	PH ₂	PH ₃	PH _{moy}
10.7	11.57	11.6	11.29

La valeur du PH_{moy}= 11.29, cette valeur est acceptable par rapport à la norme qui est entre (10-12).

Conclusion générale :

Ces analyses sont suffisantes pour déterminer la qualité de ce type de détergent (ISIS MU), la conformité des résultats aux normes prouve bien que le produit est de bonne qualité.

V-7 Spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ou IRTF) est une technique d'analyse applicable à toutes les matières, solide, liquide et gaz. Elle est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau[8].

vers l'échantillon, où des absorptions interviennent. Le faisceau arrive ensuite sur le détecteur pour être transformé en signal électrique.

V-7-2 Appareillage:

Pour observer les bandes d'absorption correspondant aux composés présents dans nos échantillons nous avons utilisé un spectromètre à transformée de Fourier, de type Perkin Elmer «Spectrum one» (fig V-2). Les échantillons sont sous deux formes : solides et liquides.



Figure V-2: appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

V-7-3 Préparation de l'échantillon:

Les échantillons liquides peuvent être placés entre deux plaques d'un sel très pur (habituellement le chlorure de sodium, ou sel de table, bien qu'un nombre important d'autres sels comme le bromure de potassium ou le fluorure de calcium soit aussi utilisé). Les plaques sont transparentes à la lumière infrarouge et n'introduisent donc pas de bandes supplémentaires dans le spectre. Les échantillons solides peuvent être préparés par la méthode qui consiste à moudre finement une quantité de l'échantillon avec un sel purifié spécialement (comme le bromure de potassium) afin de supprimer les effets de diffusion des gros cristaux. Ce mélange poudreux est ensuite comprimé dans une presse afin de fournir une pastille translucide au travers de laquelle un faisceau de spectromètre peut passer.

L'échantillon est tout d'abord dissous dans un solvant non hygroscopique et adéquat. Une goutte de cette solution est déposée à la surface d'une cellule de KBr ou de NaCl. La solution est ensuite évaporée jusqu'à séchage complet et le film ainsi formé sur la cellule est analysé directement. Il faut faire attention à ce que le film ne soit pas trop épais, empêchant la lumière de le traverser.

1. Analyse de DDBSH :

1.1. Résultats expérimentaux :

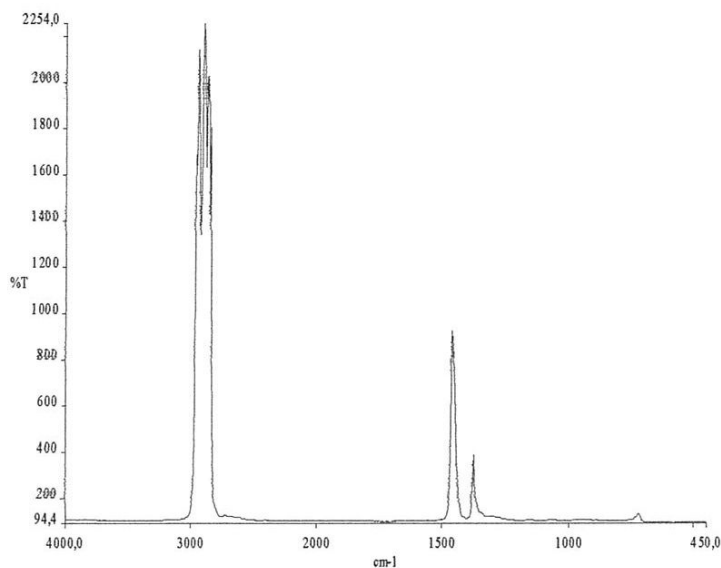


Figure V-3: Spectre IR de l'acide sulfonique dans le nugol (DDBSH).

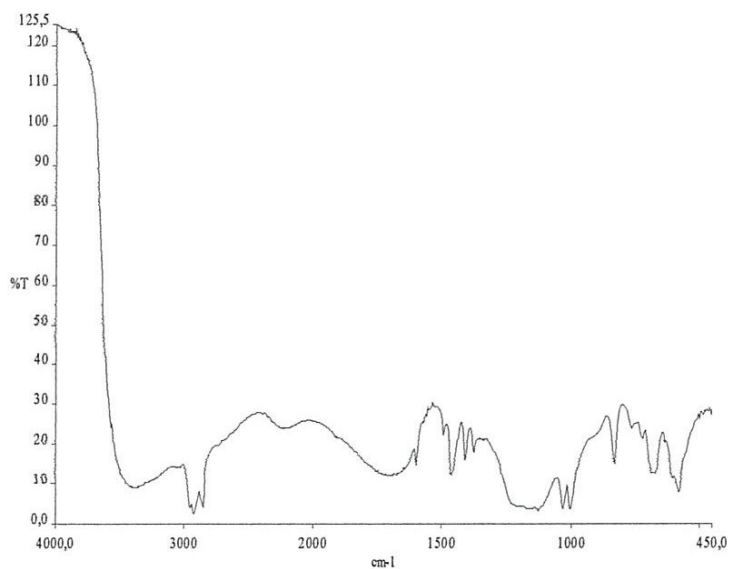


Figure V-4: Spectre IR de l'acide sulfonique (DDBSH).

1.2. Interprétation des résultats :

La figure (V-3 et V-4) représente les spectres IR de l'acide sulfonique. Les pics sont observés à différentes longueurs d'ondes:

- Pic à $1000-1500\text{cm}^{-1}$, correspond à la vibration de liaison C-S,
- Pic à $2800-3000\text{cm}^{-1}$, correspond à la vibration de liaison C-H.

2. Analyse de *DDBSNa* :

2.1. Résultats expérimentale:

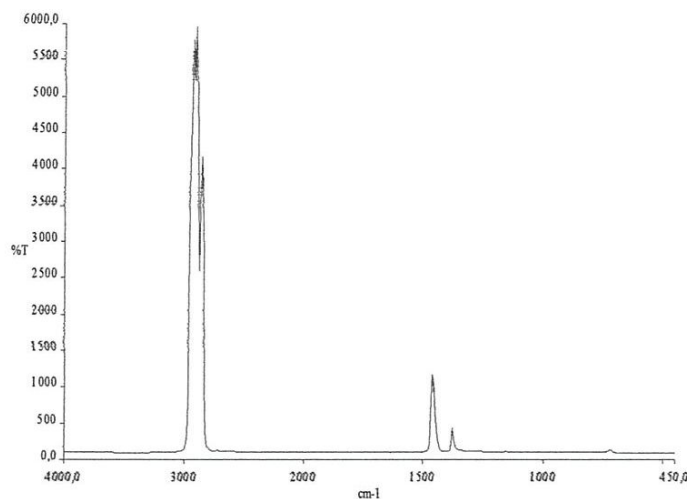


Figure V-5: Spectre IR de la pâte dans le nugol (*DDBSNa*).

2.2. Interprétation des résultats :

La figure V-5 représente les spectres IR de la pâte *DDBSN*. Les pics sont observés à différentes longueurs d'ondes, (quoique ces pics ne sont pas très bien intenses):

- Pic à $1000-1500\text{cm}^{-1}$, correspond à la vibration de liaison C-S,
- Pic à $2000-3000\text{cm}^{-1}$, correspond à la vibration de liaison C=C.

❖ Conclusion générale :

D'après l'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, on ne peut pas définir exactement les composés qui se trouvent dans ces échantillons.

V-8 Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons fait les analyses physico-chimiques effectuées sur les matières premières (S, CMC, STPP, Sulfate de sodium,...) et les échantillons (DDBSH, DDBSNa, le slurry, la poudre atomisée).

Après les analyses, les résultats est conformes aux normes. Donc le produit (ISIS-MU) est de bonne qualité.

CONCLUSION

Conclusion :

Ce travail a été effectué au niveau de complexe de production des détergents H.A de CHELGHOUM LAID. Il nous a permis de concrétiser certaine notion théorique, et appris durant notre parcours universitaire, dans la spécialité de génie des procédés, option : génie chimique.

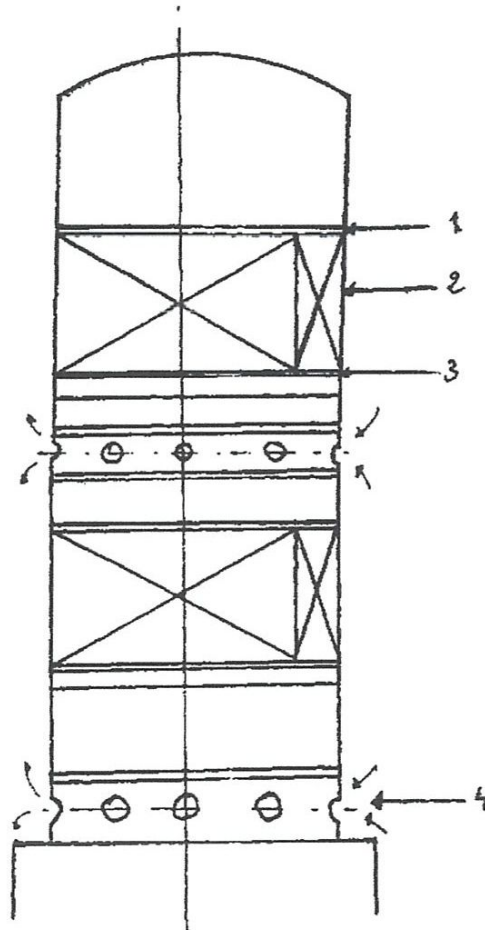
Grace à cette étude on peut conclure les faits suivants :

- La fabrication des détergents est loin d'être un processus simple, elle constitue en effet une série d'étapes successives allant de la sulfonation du DDB, à la fabrication de la matière active (DDBSO_3Na), le slurry et enfin la poudre détergente par un processus d'atomisation.
- Les analyses chimiques dans l'industrie des détergents sont pratiquées à différentes étapes du processus. Elles concernent les matières premières entrant dans la fabrication de la matière active ainsi que la poudre. Les résultats que nous avons obtenus ont permis de les caractériser en déterminant leurs propriétés. Celles-ci sont conformes aux normes exigées.



ANNEXE

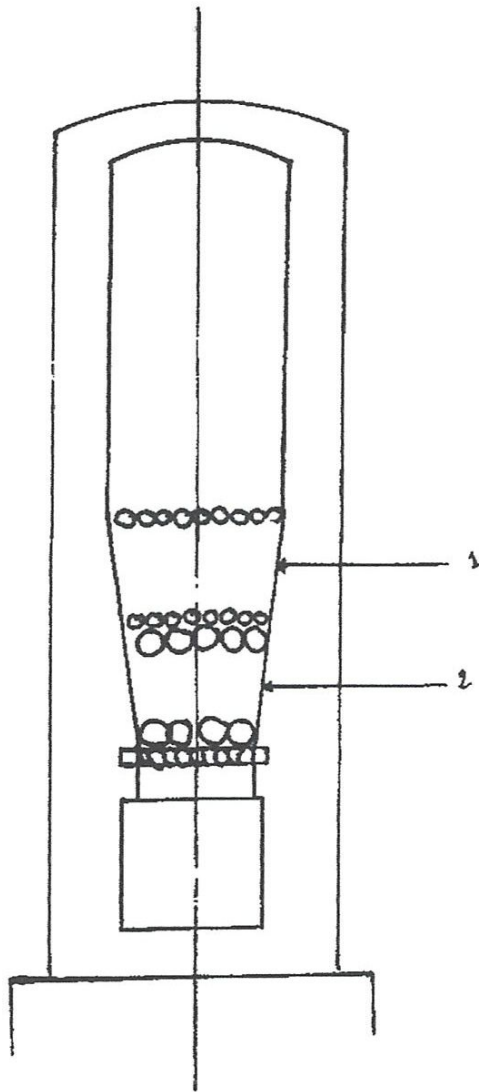
Annexe 01 :



1. Tôle perforée
2. Silicagel indicates Ture 227 Litre 55
3. Grille avec Filet
4. Tour d'aération

Figure A-1-1 : Tour de silicagel.

Annexe 02 :



1. Billes réfractaires n°1890 Type SIRMA 38-Ø60
2. Billes réfractaires n°19 Type SIRMA 38-Ø100.

Figure A-2-1 : Four de combustion du soufre.

Annexe 04 :

« *SOUFRE* »



Figure A-4-1 : Le Soufre.

Caractéristiques :

- ❖ *Formule* : S
- ❖ *Utilisation* : Détergents sulfonation / sulfatation
- ❖ *Livraison* : En vrac exempt d'impuretés.

Spécifications générales :

- ❖ *Poids moléculaire* : 32
- ❖ *Aspect* : Soufre amorphe de couleur jaunâtre exempt d'impuretés (employé normalement dans les installations « sulphurex »)
- ❖ *Humidité* : 0.01% max
- ❖ *Titre* : 99.85% min
- ❖ *Bitume* : 0.01% max
- ❖ *Cendre* : 0.05% max
- ❖ *H₂SO₄* : 0.002% max
- ❖ *H₂S* : absent
- ❖ *Arsenic* : absent
- ❖ *Sélénium* : absent
- ❖ *Tellure* : absent
- ❖ *Fluor* : absent

Annexe 05 :

« Dodécylbenzène linéaire »

Caractéristiques :

- ❖ *Formule :*
- ❖ *Utilisation :* Détergents- sulfonation
- ❖ *Livraison :* Camion-citerne (citerne exempte d'eau et tanche)

Spécifications générales :

- ❖ *Poids moléculaire :* 238-245
- ❖ *Aspect :* Liquide limpide exempt de toute trace d'eau
- ❖ *Biodégradabilité :* 96% min
- ❖ *Indice de brome :* 0.05 max
- ❖ *Solfonabilité :* 99% min
- ❖ *Densité :* 0.858-0.868 kg/l
- ❖ *Viscosité:* 50 cst
- ❖ *Indice de réfraction N_2O :* 1.485-1.487
- ❖ *Point d'inflammabilité :* 120°C min
- ❖ *Température d'exercice :* 20°C min
- ❖ *Teneur en eau :* 50 ppm
- ❖ *Teneur en fer :* 1 ppm max

Annexe 06 :**« Soude Caustique »****Figure A-6-1 : La soude caustique****Caractéristiques :**

- ❖ **Formule :** NaOH
- ❖ **Utilisation :** Agent neutralisant
- ❖ **Livraison :** En sacs polyéthylène épais de 50kg sur palette avec enveloppe : film polyéthylène thermo rétractable et accessible des 04 cotés.

Spécifications générales :

- ❖ **Poids moléculaire :** 40
- ❖ **Aspect physique:** Pastilles ou perles blanches exemptes d'impuretés
- ❖ **Densité apparente:** 1.10 à 1.16 kg/l
- ❖ **Solubilité dans l'eau à 20 °C :** 110g/10cm³
- ❖ **Teneur en Na₂CO₃ :** ≤ à 40ppm
- ❖ **Teneur en NaCl :** ≤ à 2ppm
- ❖ **Teneur en Na₂SO₄ :** ≤ à 2ppm
- ❖ **Teneur en NaClO₃ :** ≤ à 15ppm
- ❖ **Teneur en fer :** ≤ à 5ppm
- ❖ **% NaOH :** 99% à 99.7%
- ❖ **%Ni :** 2ppm max
- ❖ **%SiO₂ :** 40ppm max

Annexe 07 :

« Sulfate de Soude »



Figure A-7-1 : Le sulfate de soude

Caractéristiques :

- ❖ *Formule* : Na_2SO_4
- ❖ *Utilisation* : Charge dans les poudres à laver
- ❖ *Livraison* : En sacs en papier imperméabilisés de 50kg sur palette avec enveloppe film en éthylène thermorétractable et accessible des 04 cotés.

Spécifications générales :

- ❖ *Masse moléculaire* : 142
- ❖ *Aspect* : Poudre blanche, homogène et dense.
- ❖ *Densité apparente* : 1.10-1.3 kg/l
- ❖ *Teneur en eau* : 0.1%
- ❖ *Insolubles dans l'eau* : 0.02% max
- ❖ *PH (solution aqueuse à 1%)* : 7 ± 0.5
- ❖ *Teneur en sulfate de soude*: 99%
- ❖ *Teneur en acide libre (H_2SO_4)* : néant
- ❖ *Teneur en chlorure* : 0.1%
- ❖ *Teneur en fer* : 50ppm
- ❖ *Teneur en carbonate de soude (Na_2CO_3)* : néant
- ❖ *Blancheur* : 86-88.

Annexe 08 :

*« Carboxyméthylcellulose de sodium
(CMC-Na) »*

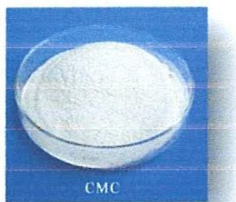


Figure A-8-1 : Carboxyméthylcellulose de sodium

Caractéristiques :

- ❖ *Formule* : R-cell -OCH₂COONa
- ❖ *Utilisation* : Agent antiredéposition / dispersant dans les Détergents poudres.
- ❖ *Livraison* : en sac papier imperméabilisé de 20 à 30 kg sur palette avec protection par film thermorétractable et accessible des 04 cotés.

Spécifications générales :

- ❖ *Aspect* : poudre écailles ou granulés exempts de poussières.
- ❖ *Poids spécifiques apparent à l'état non tasse* : 0.500kg / l (±0.1kg/l).
- ❖ *PH (Solution aqueuse à 1%)* : 8 à 10 max
- ❖ *Humidité* : 7% max
- ❖ *Viscosité à 20°C (solution aqueuse à 2%)* : > 100 cps.

Annexe 09 :**« Azurant Optique »****Caractéristiques :**

- ❖ **Structure chimique** : Dérivé de l'acide di-sulfonique du pistil benzène triazinyle aminé (sel de di-sodium)
- ❖ **Utilisation** : Détergents /azurant optique fluorescent
- ❖ **Livraison** : En sac polyéthylène dans des futs en carton de 20/25kgs sur palette houscée cerclée et accessible des 04 cotés.

Spécifications générales :

- ❖ **Azurant optique pour fibres naturelles et synthétiques :**
- ❖ **Aspect** : Granulés fins ruisselants
- ❖ **Nuance** : Blanc à légèrement jaunâtre
- ❖ **Densité apparente** : 0.5 à 0.40kg / l
- ❖ **Solubilité dans l'eau à 40°C** : 7g / l
- ❖ **Propriété ionique** : anionique
- ❖ **Dispersion dans l'eau**: Bien homogène
- ❖ **Matière active** : 60% (calculée sur l'acide di-sulfonique, exempt d'eau)
- ❖ **Absorption max dans l'eau à 20°C** : $\lambda=350\text{nm}$
- ❖ **E1 extinction dans l'eau à 20°C** : 400 à $\lambda= 350\text{nm}$
- ❖ **Affinité** : haute à la fibre cellulosique et synthétique
- ❖ **Température de lavage** : 20°C, 60°C et 90°C
- ❖ **Dosage dans les détergents** : de 0.02% à 0.15% dans les détergents en poudres et liquides
- ❖ **Dureté de l'eau de lavage** : jusqu'à 60°F
- ❖ **Stabilité à la lumière** : Bonne
- ❖ **Stabilité à la chaleur** : Bonne
- ❖ **Stabilité aux alcalis** : Bonne
- ❖ **Stabilité à l'hypochlorite** : Bonne
- ❖ **Fluorescence sous lampe UV360 nm** : Bonne

Annexe 10 :

« Silicate de Sodium vitreux (Rm2) »



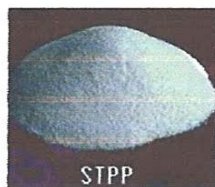
Figure A-10-1 : Le Silicate de Sodium

Caractéristiques :

- ❖ *Formule* : $n\text{SiO}_2 \text{ Na}_2\text{O}$ (avec $n=2$)
- ❖ *Utilisation* : Détergents /tampon PH +inhibiteur de corrosion
- ❖ *Livraison* : En big bags de 1000 kg sur palette accessible des 4 cotés.

Spécifications générales :

- ❖ *Masse moléculaire* : 122 g/mole
- ❖ *Aspect* : Silicate vitreux en morceaux dit « verre soluble » anhydre
- ❖ *Masse volumique* : - Apparente : 1.5kg/l-Réelle : 2.5kg/l
- ❖ *Point de fusion* : 750 à 1000°C ou 150/160° (5 à 6 bars en autoclave)
- ❖ *Dimensions* : Morceaux de 08 cm max
- ❖ *%En silicate solide*:98% min
- ❖ *%Insoluble dans l'eau*:4% max
- ❖ *%SiO₂* :66.2ù
- ❖ *% Na₂O* :33.1%
- ❖ *% Fer* : 50 ppm max

Annexe 11 :**« Tripolyphosphate de sodium anhydre »****Figure A-11-1 : Tripolyphosphate de sodium (STPP)****Caractéristiques :**

- ❖ **Formule :** $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$
- ❖ **Poids moléculaire :** 368
- ❖ **Utilisation :** Détergent/ synergique, séquestrant, dispersant.
- ❖ **Livraison :** En sac imperméabilisé à valve de 50 kg en papier Kraft 05 plis avec film polyéthylène sur palette Houssée de 01 tonnes et accessible des 04 cotés.

Spécifications générales :

- ❖ **Aspect physique :** Poudre amorphe, blanche et coulante (free flowing) sans impuretés (la solution à 10% doit être exempte de dépôt et de matière en suspension).
- ❖ **Poids spécifique apparent :** 0.9 à 1 kg/l
- ❖ **PH (solution aqueuse à 1%) :** 9.2 à 9.7
- ❖ **Perte par calcination (a 360°C) :** 0.4% max
- ❖ **Perte sur calcination (a 550°C) :** 0.7% max
- ❖ **TRT (température) Rise TST:** ≤ à 13°C
- ❖ **Insoluble dans l'eau :** 0.1% max
- ❖ **Vitesse d'hydratation :** Après 01 mn : >81°C
- ❖ **(PT de départ : 80°C) :** Après 05 mn : >86°C
- ❖ **Valeur calcium (pouvoir séquestrant) :** 10.5g de Ca/100g d'STPP

Bibliographie

Bibliographie

[1] : H. Saadallah, T. Amellal, S. Maameri. « Recherche de la formulation d'un détergent liquide à mousse contrôlée », Mémoire d'ingénieur, Chimie industriel, Université de Guelma promotion 1995.

[2] : S. Hamzaoui, L. Mendjel, M^{me} Boufelfel. « Synthèse et caractérisation des détergents poudres moussants formulation d'une nouvelle poudre à mousse contrôlée », Mémoire d'ingénieur, Génie des procédés, Université de Guelma promotion 2004.

[3] : Document de l'entreprise sur l'unité de sulfonation.

[4] : F.Zeraoulia, S.Yettou, M^{me}Boufelfel. « Etude des détergents de synthèse », Génie des procédés, Université de Guelma Juin 2009.

[5] : Y. Sedrati, M. S Mihoubi. « Procédé de fabrication des détergents », Mémoire d'ingénieur, Université de Guelma.

[6] : N. Kolli, Z. Belkacemi, M. Kolli. « Etude de la production de la matière active au complexe H.E.A », Mémoire DEUA, Chimie industriel, Université Mentouri Constantine promotion 2002.

[7] : Document de l'entreprise sur l'unité de la production.

[8] : H. Ferdenache, M^R.M. H. Benhamza, « Etude de la microencapsulation et caractérisation d'une peinture », Mémoire de Magister, Chimie des procédés, Université Guelma, année 2010.