***INTRODUCTION***

Le Groupe OCP a constitué en 1997, en partenariat avec le Groupe Indien Birla, la société INDO MAROC PHOSPHORE S.A (IMACID) de droit marocain ; un complexe moderne pour diversifier ses alliances stratégiques et en vue de sécuriser une partie de ses exportations à ZAURI et TATA les nouveaux partenaires.

Le complexe industriel a vu le jour à Jorf Lasfar avec des investissements de plus de 2 milliards de DH.

Ce complexe moderne, utilisant les meilleures technologies disponibles actuellement, a permis au Groupe OCP d’accroître sa capacité de production d’acide phosphorique de 25% sur le site de Jorf Lasfar. Il est composé de trois ateliers, utilités, sulfurique et phosphorique.

L’atelier de fabrication d’acide phosphorique de IMACID, basée sur le procédé dihydrate (Prayon MARK IV) a été réalisé initialement pour une capacité de 1050 TP2O5/J, soit une production annuelle de 330000 TP2O5.

Un premier revamping en 2004, a permis d’atteindre une capacité de 1180 TP2O5/J, un deuxième revamping est en cours de réalisation qui a pour objectif de produire 1400 TP2O5/J, soit une augmentation de 33% par rapport à la production initiale, et 17% par rapport à la production actuelle.

L’atelier comprend :

* L’unité 102 : Broyage du phosphate ;
* L’unité 103 : Attaque Filtration ;
* L’unité 113 : Stockage d’acide à 29% P2O5;
* L’unité 104 : Concentration d’acide phosphorique (CAP) ;

L’unité 114 : Stockage d’acide à 54% P2O5

1. ***DESCRIPTION DU PROCEDE DE FABRICATION D’ACIDE PHOSPHORIQUE***

 L’acide phosphorique est le principal dérivé de la chimie du phosphore, il tire son importance du fait qu'il est utilisé dans plusieurs procédés, notamment : les engrais (DAP, MAP, TSP), les détergents, l’alimentation animale, les insecticides, les huiles lubrifiantes, etc.…

La principale source du phosphore c’est les minerais phosphatés tels que les phosphates d’aluminium et ceux de calcium d’où on extrait la majeure partie du phosphore et de ses dérivés.

Le phosphate existe presque partout à la surface du globe, les principaux gisements sont situés aux U.S.A, en U.R.S.S et au MAROC

L’acide phosphorique est obtenu par plusieurs procédés, celui qu’utilise

IMACID est le procédé PRAYON, c’est un procédé par voie humide dans lequel l’acide phosphorique est obtenu par attaque du phosphate minéral par l’acide sulfurique.

*I.1 Différentes réactions chimiques*

La fabrication de l’acide phosphorique par voie humide résulte de la réaction chimique suivante :

**Ca3 (PO4)2 + 3H2SO4 + 6H2O 🢂 2H3PO4 + 3(CaSO4, 2H2O)**

Cette réaction est un simple déplacement d’un sel d’acide faible Ca3 (PO4)2 par un acide fort H2SO4 , le gypse produit peut être éliminé par une simple filtration.

En fait, la réaction est beaucoup plus complexe, car le phosphate contient un grand nombre d’impuretés qui peuvent avoir un rôle néfaste.

Parmi ces impuretés, on peut citer :

* Le carbonate de calcium qui réagie avec l’acide sulfurique, suivant la réaction :

**CaCO3 + H2SO4 + H2O → (CaSO4, 2H2O) + CO2**

Le dégagement de CO2 favorise la formation des mousses en présence de matières organiques.

* Le fluorure de calcium réagit avec l’acide sulfurique suivant la réaction :

**CaF2 + H2SO4 + H2O → (CaSO4, 2H2O) + 2HF**

* La silice en présence d’acide fluorhydrique génère de l’acide fluosilicique (H2SiF6) ces deux acides sont très corrosifs :

**4HF + SiO2 → SiF4  + 2H2O**

**2SiF4  + 2H2O → H2SiF6 + SiO2 + 2HF**

* Les oxydes métalliques contenus dans le phosphate en présence d’acide fluosilicique produisent des fluosilicates :

**H2SiF6 + Na2O → Na2SiF6 + H2O**

**H2SiF6 + K2O → K2SiF6 + H2O**

* Les chlorures de sodium et de potassium sont à la base de grandes corrosions génèrent de l’acide chlorhydrique :

**2NaCl + H2SO4 → Na2SO4 + 2HCl**

**2KCl + H2SO4 → K2SO4 + 2HCl**

*I.2 Unité de broyage du phosphate*

Le phosphate humide en provenance de KHOURIBGA est stocké dans un hangar de capacité de 25000 T. La reprise du phosphate du hangar vers la trémie est assurée par des convoyeurs et cela pour avoir une alimentation continue du phosphate, de cette trémie le phosphate est extrait par l’extracteur vers le dosomètre. Le phosphate chutant de l’extracteur est récupéré par le biais du vis ramasse-miettes vers la bande doseuse.

La section de broyage est équipée principalement de :

* Un broyeur à boulets, revêtu intérieurement par des plaques de blindage, il a une forme latérale cylindrique et conique sur les côtés. Entraîné par un moteur à une vitesse de 16.5 tr/min, il a une capacité max de 200 T/h de phosphate ;
* Un extracteur ;
* Un dosimètre ;
* Bac de dégazage de la pulpe ;
* Bac de stockage de la pulpe.

Le broyeur est alimenté par une quantité d’eau réglée proportionnellement avec la quantité de phosphate entrant de manière à obtenir à la sortie du broyeur une pulpe contenant 65 % en poids de solides.

En sortant du broyeur cette pulpe passe dans un bac de dégazage 102 AR04, équipé d’un agitateur pour le maintien du solide en suspension, le refoulement de la pompe 102 AP01 envoie la production du broyeur vers le bac à pulpe 102 AR02.

Les débordements éventuels de la pulpe de phosphate, les vidanges et l’eau du rinçage de lignes sont collectés via des caniveaux dans le puisard 102AR03. ce puisard est équipé d’un agitateur et d’une pompe centrifuge verticale qui permet de renvoyer la pulpe vers le bac de stockage.

*I.3 Unité d’attaque*

 ***Une cuve d’attaque***

C’est une cuve à six compartiments, construite en béton armé monolithique revêtu à l’intérieur par le caoutchouc et de briques en graphite, chaque compartiment est équipé d’un agitateur à trois rangs de pales de modèle PRAYON permettant une bonne homogénéisation de la bouillie d’attaque. Chaque agitateur possède des pales radiales à la surface de la bouillie, permettant de casser les mousses qui se forment lors de la réaction et pour créer de bonnes conditions d’incorporation des réactifs introduits.

Les cloisons entre compartiments de la cuve d’attaque sont munies de grandes ouvertures permettant à la bouillie de circuler d’un compartiment à l’autre avec un minimum de pertes de charge.

Tous les compartiments sont connectés entre eux à la partie gaz. Les gaz de réaction sont collectés par deux ouvertures pour être envoyés vers le système de lavage des gaz. Celui-ci maintient une légère dépression dans la cuve d’attaque de manière à éviter l’échappement à l’atmosphère des gaz de réaction.

La pulpe de phosphate est introduite dans le premier compartiment.

L’acide sulfurique concentré avant d’être introduit dans la cuve d’attaque il est mélangé avec l’acide phosphorique recyclé.

Les réactions qui se produisent (dilution de l’acide sulfurique et attaque du minerai) sont largement exothermiques. Comme la température du milieu conditionne la forme cristalline du sulfate de calcium, il est nécessaire de refroidir la bouillie à une température de l’ordre de 72-74°C.

Ce refroidissement est effectué dans un évaporateur à bas niveau « LLFC : Low evel flash cooler » cet appareil est maintenu sous vide grâce à une pompe à vide.

La bouillie de réaction circule du compartiment 6 à 1 de la cuve d’attaque formant ainsi un circuit fermé, via le flash grâce au circulateur (pompe de circulation 103APO1 situé dans l’extension du 6éme compartiment).

Les vapeurs quittant le LLFC passent dans le pré condenseur (103AE01) où elles réchauffent l’eau destinée au lavage des toiles du filtre, cette eau étant de l’eau industrielle ayant servie au lavage des gaz de réaction dans le système de lavage des gaz, puis elles sont condensées au moyen d’eau de mer dans le condenseur à contact direct. L’eau de mer usée coule vers le bac de garde 103AR02 pour servir à l’évacuation du gypse sortie filtre.

La cuve d’attaque reçoit également, à débit contrôlé, les boues extraites du décanteur 113FR02 et les effluents liquides stockés dans le bac des effluents103AR13.

 ***Trois digesteurs (103AM02-03-04)***

 A partir du 6éme compartiment de la cuve d’attaque, la bouillie déborde vers les trois digesteurs.

Ils ont une forme cylindriques verticales similaires placées en série construits en acier caoutchouté avec leur fond revêtu de briques de graphite et équipés d’agitateurs de modèle PRAYON à double rang de pales hélicoïdes, étudiés pour produire un débit de pompage avec une basse consommation énergétique et éviter la sédimentation des solides tout en assurant une agitation douce.

***I.4 Unité filtration***

La séparation de l’acide phosphorique et du sulfate de calcium résiduaire est effectuée à l’aide d’un filtre sous vide à lavage systématique à contre-courant.

Le filtre utilisé est un filtre à cellules basculantes subdivisées en :

* Pré-secteur ;
* Secteur fort ;
* Secteur moyen ;
* Secteur faible ;
* Soufflage & décharge des cellules

La filtration se fait en différentes étapes :

* La bouillie d’attaque est alimentée vers l’auge de distribution du filtre horizontal à cellules basculantes sous vide BIRD – PRAYON 103AS01. La première partie du filtrat de production contenant des cristaux très fins (portion trouble) et par fois légèrement diluée par l’eau restant sur la toile, est envoyée vers la cuve d’attaque comme étant un acide recyclé ;
* La quantité de filtrat correspondant à la production est envoyée vers le stockage d’acide 29 % moyennant la pompe 103 AP 03. le surplus de ce filtrat est envoyé à l’aspiration de la pompe d’acide recyclé ;
* Le filtrat récupéré au deuxième lavage est drainé vers la pompe 103 AP 05 qui l’envoie au premier lavage, le filtrat de ce lavage va à l’aspiration de la pompe d’acide recyclé 113 AP 04. Cet acide recyclé est envoyé vers l’attaque pour le contrôle des solides ;
* L’eau ayant lavé les toiles est pompée vers le deuxième lavage de gypse moyennant la pompe 103 AP 06 ;
* Le lavage final est réalisé au moyen de l’eau de lavage provenant du pré condenseur 103 AE 01, l’eau sortant de ce dernier, collectée dans le bac 103 AR 08 est pompée au moyen de la pompe 103 AP 07 pour le lavage des toiles ;
* Le gypse est finalement déchargé, par rotation de la cellule basculante en position inversée, dans une trémie 103 AR 03 arrosée d’eau de mer ;
* Après lavage, les toiles et les godets reprennent leur position d’origine et le ventilateur de séchage facilite le drainage de l’eau résiduaire. Les gouttes entraînées sont séparées dans le séparateur et le liquide obtenu est renvoyé au bac d’eau chaude.

***I.5 Unité de stockage et décantation de l’acide 29%***

 L’acide produit 29% provenant de la section filtration est préalablement stocké dans un réservoir équipé d’un agitateur. Parfois les boues extraites du décanteur de l’acide concentré 54 % arrivent à ce réservoir. Par débordement du réservoir via une rigole ouverte, l’acide entre dans le tube central d’un décanteur. Le solide décanté est raclé sur le fond du décanteur par le racleur de manière à le ramener vers le cône central d’extraction. Les boues sont pompées vers la cuve d’attaque. L’acide décanté déborde alors dans le stockage d’acide faible équipé d’un agitateur maintenant les solides non décomposés en suspension.

***I.6 Concentration***

Trois lignes identiques opérant en parallèle sont prévues pour réaliser la production de l’acide concentré, la description faite ci-après pour la ligne A est applicable aux deux autres.

La concentration de l’acide par évaporation sous vide est réalisée dans une boucle de circulation comprenant : un évaporateur; un circulateur; un filtre et un échangeur de chaleur.

L’acide faible est mélangé à une grande quantité d’acide concentré en circulation constante, ce mélange passe dans un échangeur chauffé par de la vapeur basse pression. Il va y subir une augmentation de température amenant la tension de vapeur de l’eau contenue dans le mélange à une valeur supérieure à la pression absolue fixée dans l’évaporateur ou il va y avoir ébullition. Cette ébullition va se terminer jusqu’à ce que l’équilibre soit rétabli.

L’acide produit 54% en P2O5, déborde dans un tuyau alimentant la pompe auto- régulante d’acide concentré qui l’envoie vers le stockage.

***I.7 Un Système de lavage des gaz***

 Le système de lavage des gaz reçoit les gaz dégagés (fluorés) venant de :

* La cuve d’attaque ;
* Les cuves de digestion ;
* La hotte du filtre BIRD – PRAYON.

 Il est destiné à réduire la quantité du fluor rejetée à l’atmosphère et à minimiser les pertes en teneur de P2O5.

Deux tours de lavage à l’eau brute sont installées pour assurer l’assainissement des gaz. Dans la première tour 103AE04, les gaz circulent à co-courant avec l’eau de lavage provenant de la deuxième tour 103AE05.

Avant de sortir à l’atmosphère, les gaz lavés passent à travers la tour 103AE05 pour subir un deuxième lavage avec l’eau brute contrôlé au moyen d’une vanne motorisée. L’eau de lavage fait cette fois un circuit fermé à contre-courant à l’aide des pompes 103 AP37. L’excès de l’eau de lavage est envoyé dans un troisième laveur 103AE01 lié au Flash Cooler pour laver d’avantage les gaz sortant de cet évaporateur.

L’aspiration des gaz dégagés et le refoulement vers l’atmosphère sont assurés par le ventilateur 103AC31.

***II. LES PARAMETRES DE MARCHE DE LA CHAINE DE PRODUCTION DE L’ACIDE PHOSPHORIQUE***

***II.1 Section attaque***

L’unité attaque comprend les paramètres suivant :

* Densité de la bouillie ;
* Densité filtrat ;
* La température ;
* La teneur en sulfate

La température

**Gamme de tolérance** 72 - 80(°C )

**Rôle**

* La mauvaise cristallisation est due à l’augmentation de la température au niveau de la cuve d’attaque (suite à la réaction exothermique entre l’acide sulfurique et le phosphate)
* La cristallisation influe sur la qualité de la filtration, l’objectif est d’avoir la réaction dans la zone de formation du gypse dihydrate

**Conséquence de déréglage**

Quand la température augmente il y a un changement dans la nature des cristaux du gypse qui se transforme en hemihydrate

**Action curative**

le procède PRAYON est muni d’un Flash cooler pour le contrôle de la température. Le contrôle de cette dernière est réalisé selon les trois actions suivantes :

* Si la température de la réaction est élevée on diminue la pression dans le flash dans le but d’augmenter l’évaporation ;
* La deuxième action à prendre dans le cas où le vide est poussé au maximum dans le flash, est d’augmenter le débit d’eau de mer dans le condenseur AE02;
* La troisième action curative est de diminuer la répartition des matières premières en contrôlant la température dans le deuxième compartiment, si la température continue à augmenter il faut donc agir sur la cadence en la diminuant ;

Densité bouillie

**Gamme de tolérance** 1.545 – 1.550

# **Rôle**

# renseigne sur la teneur en solide de la bouillie

**Conséquence de déréglage**

* La diminution de la maturation des cristaux du gypse est due à une faible densité de la bouillie. Si la densité est faible le temps de séjour est faible aussi, les cristaux de gypse restent de petites tailles, ce qui provoque une mauvaise filtration ;
* Si la densité est trop élevée elle mène à une augmentation de la viscosité du milieu réactionnel, ce qui engendre un problème au niveau de pompage et de la filtration

**Action curative**

 Le recyclage de l’acide moyen assure le contrôle de la densité de la bouillie :

* Quand la teneur est élevée on accroît le débit de l’acide moyen avec un ajout de l’acide fort et vice-versa

Sulfates libres

**Gamme de tolérance** 27 – 29 (g/l)

**Rôle**

Elle influe considérablement sur les pertes en syncristallisé et inattaqué.

**Conséquence de déréglage** :

* Si la teneur en sulfate libre est importante la réaction entre les SO42- et Ca2+ devient très rapide, on peut alors avoir un empêchement de l’attaque du phosphate. (Blocage d’attaque)
* Si la teneur est en sulfate est trop faible, les cristaux de gypse sont fins, et par la suite on trouve du phosphate non attaqué (mauvaise filtration)

**Action curative :** le réglage des sulfates se fait au moyen de la pulpe.

Densité filtrat

**Gamme de tolérance** 1.295 – 1.300

**Rôle :** indication sur la teneur en solide de la bouillie.

**Conséquence de déréglage :**

* Si la densité est élevée les cristaux de gypse sont plus fins cela rend la filtration plus difficile

**Action curative**: la correction se fait par apport de l’eau de lavage :

* Si la densité diminue on réduit le débit d’eau de lavage du gâteau de gypse au niveau du filtre ;
* Si la densité augmente on augmente le débit d’eau de lavage du gâteau à la filtration

## *II.2 Section filtration*

 Les paramètres de la filtration sont :la vitesse du filtre, épaisseur du gâteau, la pression à l’intérieur de la boite à vide et la densité de l’acide faible .

***Vitesse du filtre***

 **Moyen de contrôle**

 Dépend de la cadence ;

***Epaisseur du gâteau***

 L’épaisseur du gâteau est inversement proportionnelle à la vitesse de rotation du filtre. Une vitesse plus élevée allouant une surface de filtration plus importante peut favoriser cette dernière

 **Gamme de tolérance** 60-80 mm

 **Moyen de contrôle**

 Dépend de la vitesse du filtre et du taux de solide

***La pression à l’intérieur de la boite à vide***

 L’observation de la tendance des variation de cette pression permet de juger la bonne marche de la filtration et par conséquent, de juger la bonne marche des paramètres de la section attaque,(cristallisation, densité,…).

**Moyen d’action**

 C’est par action sur la position de la vanne HV605 de l’entrée d’air à l’aspiration de la pompe AC04 que l’on peut modifier la valeur de cette pression : par ouverture ou fermeture de cette vanne, on ramène la pression dans la gamme de tolérance

 **Gamme de tolérance** 450-600 mbar

 **Moyen de contrôle**

 Suivre l’état de cristallisation

***La densité de l’acide faible***

 **Gamme de tolérance** 1020-1030

 **Rôle**

Indique le degré d’épuisement du gâteau de gypse (efficacité du lavage du gâteau).

L’objectif est de maintenir cette densité à une valeur aussi basse que possible.

 **Moyen de contrôle**

Suivre La cristallisation, et veiller au bon état des toiles

1. ***CARACTERISTIQUES ET FONCTIONNEMENT DU FILTRE***

**Désignation :**filtre pour gypse ;

**Type :** BIRD-PRAYON à cellules basculantes modèle 30-165EE ;

**Condition de travail** **:**

* + Fluide alimenté : bouillie de la réaction;
	+ Débit alimentation nominal : 433m3/h ;
	+ Surface de filtration totale : 257m2 ;
	+ Surface de filtration active: 220m2 ;

**Spécification particulière :**

* + Nombres des cellules : 30 ;
	+ Nombres de circuit à vide : 1 ;
	+ Nombres de lavages du gâteau : 2 ;
	+ Puissance du moteur : 30 kW ;
	+ Diamètre extérieur: 24,4 m ;
	+ Vitesse de rotation : 2 à 10 min/tr ;

**Matériaux de construction**

Cellules de filtration :

* Parties inoxydables en contacte direct avec les fluide : DIN1.4539
* Parties inoxydables non en contacte avec les fluide :

Support de fixation de toile :

* Tôle inoxydable perforée : UB6

Toile filtrante

* Polypropylène

Tuyaux de liaison

* Caoutchouc armé

Distributeur central

* Partie supérieure rotative : UB6
* Partie inférieure fixe : UB6

Les nacelles

* UB6.

## III.1 Description générale du filtre BIRD-PRAYON

Le filtre BIRD-PRAYON est constitué d’une série de cellules individuelles de filtration fixées sur un châssis circulaire et horizontale tournant autour d’un distributeur central.

Les cellules reçoivent une bouillie à filtrer et les liquides de lavages par l’intermédiaire des nacelles d’alimentation. Les cellules sont reliées au distributeur centrale à l’aide des tuyaux en caoutchouc armés permettent le drainage des filtrats. Après retournement de la cellule, le gâteau se décharge à l’aide d’une contre pression d’air.

La cellule toujours en position retournée, se déplace au dessus d’une rampe assurant le lavage toile.

La cellule retrouve ensuite une position normale, elle est donc prête à recommencer un cycle de filtration.

## III.2 Description des principales parties constitutives

* **Charpente fixe**

La charpente en acier faite de colonnes reliées par des entretoises boulonnées à des plaques d’assise ancrées dans le plancher, les équipements suivant sont fixés aux colonnes:

* Le chemin de renversement des cellules ;
* Les panneaux de protection extérieurs ;
* La nacelle d’alimentation en bouillie ;
* Les nacelles de lavage du gâteau ;
* La hotte de dégazage
	+ **Châssis tournant**

Il est constitué d’une structure en acier solide, rigide et horizontale faite de deux anneaux concentriques reliés par des bras de liaison. Le châssis tournant supporte les cellules, chacune est portée par une paire de paliers, il est entraîné par un pignon s’engrenant avec une roue dentée.

Le châssis tournant repose sur une double série de galets supports ajustables avec plaques d’assises fixées au plancher .

Il est maintenu dans son axe de rotation par une série de galets de centrage ajustables, également fixés au plancher.

 Les circulaires interne et externe du châssis tournant sont munies d’un plat d’usure en acier inoxydable boulonnée sur la face inférieure.

* **Cellules de filtration**

Les cellules de filtration ont une forme trapézoïdale à fond incliné et à drainage rapide.

Chaque cellule est équipée de deux tourillons portant dans les paliers.

Le tourillon interne est utilisé pour le passage des fluides, le tourillon externe est équipé d’un levier de guidage portant les deux galets de cellule.

Le levier de cellule de guidage est également équipé d’un troisième galet assurant une position automatique horizontale de la cellule tout autour du filtre.

 Le bac de cellule reçoit un support de toile et une toile filtrante appropriée, la toile est fixée sur la tôle par un jeu de clames de fixation à démontage et remontage rapide sans boulons de fixation. Les tourillons de cellules sont équipés de bagues d’usures amovibles en métal tandis que les paliers de cellules sont équipés de bagues d’usures amovibles en matériau synthétique.

* **Tuyaux de liaison**

Les connexions de la cellule au distributeur central sont réalisées par des flexibles armés permettant d’éviter le casse vide et les fuites de liquide et assurant le retournement de la cellule par simple torsion.

* **Distributeur central**

Le distributeur assurant la distribution des filtrats et la mise en communication des cellules avec les circuits de vide consiste en :

* Une partie supérieure rotative reliée aux cellules, entraînée par le châssis tournante et munie d’un plateau usure en acier inoxydable ;
* Une partie inférieure fixe avec le plateau.

On assure ainsi le joint d’étanchéité entre la partie tournant et la partie fixe grâce à un anneau d’usure spécial en matériau plastique fixé sur la partie fixe.

La partie statique appelée boîte de distribution est divisée en secteurs ajustables ou non, chacune correspondant à une opération du cycle de filtration.

Dans ce distributeur est inclus une cloison de présuccion amovible pouvant être positionnée de l’extérieur, sans nécessiter l’arrêt du filtre.

* **Mécanisme d’entraînement**

La composition de l’unité est la suivante :

* Un moteur électrique avec un variateur de fréquence ;
* Un réducteur de vitesse ;
* Un accouplement entre les deux éléments ci-avant
* **Nacelles d’alimentation :**
* La nacelle de bouillie distribue de manière uniforme la bouillie par dessus des cellules en deux zones de manière à assurer une répartition idéale dans les cellules et un gâteau d’égal épaisseur
* Les nacelles de lavage distribuent les différents liquides de lavage par dessus de gâteau
	+ **Système de lavage des toiles filtrantes**

 Le lavage des toiles est assuré par un système de pulvérisation équipée de 32 buses. Les cellules sont lavées en position retournée

**IV. Pertes en acide par imprégnation**

La filtration constitue une étape très importante dans le processus de fabrication de l’acide phosphorique. En effet, les conditions de fonctionnement de cette opération conditionnent les performances et la qualité du produit.

 **IV.1 Les pertes en P2O5**

Il y a trois formes des pertes en P2O5 :

* Pertes en cocristallisé (P2O5 cocristallisé), elles proviennent de la capture d’ions H2PO42- dans le réseau cristallin du gypse (2 à3.5 % perdu) ;
* Pertes en inattaqué (P2O5 inattaqué), elles correspondent à la partie du phosphate qui n’a pas réagi avec de l’acide sulfurique (0.2 à 1.5 % perdu) ;
* Pertes en soluble eau, c’est le liquide d’imprégnation du gâteau de gypse quittant le filtre. Cette eau malgré les différents lavages contient encore un peu de P2O5 sous forme d’acide (0.4 à 1 % perdu).

Les pertes P2 O5 soluble eau se produisent lors de la filtration de l’acide. Elles sont dues à l’imprégnation du gâteau par l’acide phosphorique ceci peut être dû à :

* La cristallisation ;
* Teneur en P2O5 ;
* La quantité de l’eau de lavage

**IV.2 Mesure des pertes en acide par imprégnation dans le gypse**

* + **Analyses au laboratoire central**

 🞝P2O5 soluble eau

Le but est de déterminer la quantité en P2 O5 imprégnée dans le gypse. Le principe d’analyse se base sur le dosage du P2O5 dans le filtrat issu de lavage gâteau de gypse en utilisant le spectrophotomètre ou le scalar.

 Principe :

Le filtrat obtenu par lavage du gypse tel quel est à un volume de 500ml

Le filtrat contient de H3PO4 d’imprégnation ou (SE). Le P2O5(SE) est dosé par la méthode spectrophotométrie au vanadomolybdate

 Domaine d’application**:**

## Gypse filtré

 Appareillage **:**

* Buchner
* Pompe a vide
* Spectrophotomètre
* Matériel courant de laboratoire
* Balance de précision

 Réactifs **:**

* Solution de CaSO4, 2H2O
* Vanadomolybdique
* Acétone

 Mode opératoire

* Peser 20 g de l’échantillon, mettre dans un bêcher
* Laver par décantation avec une solution saturée de (CaSO4, 2H2O)
* Essorer et conserver le résidu
* Recueillir le filtrat et le transvaser dans une fiole 500 ml
* Ajuster au trait de jauge par l’eau distillée
* Homogénéiser
* Prélever 10 cm3 dans une fiole de 100 ml, y ajouter 25 ml de complexant (vanadomolybdique)
* Compléter au trait de jauge avec l’eau distillée
* Attendre 30 min
* Préparer un essai à blanc et un témoin dans des fioles de 100ml
* Passer au spectrophotomètre a une longueur d’onde 430 nm

 Expression des résultats :

 ***20 \* m***

 ***% P2O5 SE = ----------------------***

 ***100 – P M***

 P M = perte en masse

**IV.3 Réduction des pertes soluble en eau**

 Les pertes solubles en eau sont en fonction d’une part de la taille et de la forme des cristaux de gypse et d’autre part du taux de lavage ainsi que du nombre de lavages sur le filtre et du type de filtre utilisé.

* **Filtrabilité**

Il existe une relation liant la filtrabilité de la bouillie d’attaque et les pertes en P2O5 cocristallisé. Moins bonne est la filtrabilité, plus les pertes sont importantes en soluble eau.

* **Taux de lavage et nombre de lavages**

 Les pertes en soluble eau sont étroitement liées à la quantité d’eau utilisée lors de la filtration. Le type de procédé, la teneur en P2O5 de l’acide produit et le type de sulfate de calcium évacué du filtre influencent également les pertes en P2O5.

Pour de l’acide fort produit ainsi qu’un gâteau formé d’hémihydrate, l’eau disponible pour le lavage est insuffisant. Cela contribue aux pertes élevée en P2O5 soluble. Pour réduire ces pertes à un minimum, le gâteau est lavé trois à quatre fois.

Les unité de dihydrate ont beaucoup plus d’eau à disposition pour le lavage du gâteau. Cela permet donc une diminution des pertes en P2O5 soluble. De plus cela permet de réduire le nombre de lavages et donc la taille du filtre diminuant de la sorte les coûts d’investissement.

* **Choix du filtre**

 La façon d’opérer un filtre affecte fortement ses performances. Plus sa vitesse est lente, plus le cycle de filtration est important, plus le gâteau est épais et moins les pertes sont importantes.

Les filtres à bande lorsqu’ils travaillent à des vitesse raisonnables donnent de bons résultats. Si on les fait tourner à des vitesses trop rapides, la teneur en solides de l’acide produit augmente, il est dilué, le vide est faible dû à l’aspiration importante d’air ce qui conduit à un gâteau humide.

Ce même genre de problèmes se rencontre parfois avec les filtres UCEGO.

Les filtres à cellules basculantes Bird-Prayon permettent de travailler avec des épaisseurs de gâteau importantes réduisant de la sorte les pertes en P2O5 soluble.

* **Digestion**

 La digestion augmente le temps de séjour des cristaux dans la bouillie d’attaque. Cela permet d’une part de compléter la réaction et d’autre part cela permet l’obtention de cristaux de gypse plus importants.

**V. SECURITE PROCESS ET EQUIPEMENTS**

 Pour la sécurité des équipements et du personnel de l’atelier, L’usine est munie d’un système d’asservissement pour la protection contre les accidents survenus par erreur humaine ou qui sont dues à un fonctionnement défectueux.

L’installation dispose d’un système de sécurité qui comprend :

* Des alarmes pour alerter les opérateurs d’un fonctionnement irrégulier de l’unité ou d’un fonctionnement défectueux possible d’un équipement ;
* Des systèmes d’arrêt automatique (déclenchement) ;
* D’un dispositif des premiers secours (les douches de sécurité, les fontaines pour lavage des yeux, les extincteurs du feu, etc.)

Les tableaux ci-dessous résume les différents asservissements concernant les unités : Broyage, attaque et filtration

 **Unité broyage**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Définition** | **Conséquence** | **Raison** |
| Débit très bas eau de procédé vers broyeur  | Arrêt du broyeur  | Eviter l’augmentation de la densité pulpe |
| Niveau très haut dégazeur  | Arrêt du broyeur  | Eviter le débordement |
| Niveau très bas dégazeur  | Arrêt pompe 102AP01 | Eviter la cavitation |
| Niveau très bas trémie  | Démarrage du convoyeur  | Assurer l’alimentation en phosphate |
| Niveau très haut bac à pulpe | Arrêt du broyeur  | Eviter le débordement |
| Niveau très bas bac à pulpe | Arrêt des pompes 102AP02ou 102RP02 | Eviter la cavitation |

 **Unité attaque**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Définition** | **Conséquence** | **Raison** |
| Débit très bas H2SO4 vers cuve d’attaque | Circulation de pulpe en by-pass | Protection de l’attaque |
| Débit bas d’eau vers réducteur circulateur | Arrêt du circulateur | Assurer le refroidissement |
| Niveau d'huile insuffisant aux réducteurs des agitateurs | Apres 30 sec arrêt de l’agitateur | Assure la lubrification du réducteur |
| Vide insuffisant au flash cooler | Arrêt circulateur | Cavitation de la pompe |
| Pression huile insuffisant au réducteur du circulateur | Apres 30 sec arrêt du circulateur | Détérioration du réducteur |
| Débit très bas de la bouillie vers filtre | Ouverture de la vanneXV801 et circulation en by-pass de la bouillie | Protection du filtre et de la filtration |
| Niveau très bas 103-AR02 | Arrêt de la pompe 103AP08 | Eviter la cavitation |
| Débit très bas eau de mer vers trémie de gypse | Arrêt du filtre | Eviter le bouchage de la trémie |

 **Unité filtration**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Définition** | **Conséquence** | **Raison** |
| Niveau très bas bac à eau gypseuse | Arrêt de la pompe103AP06 | Eviter la cavitation |
| Trop basse vitesse du filtre | Arrêt du filtre | Eviter la surcharge du filtre |
| Température très haute eau de lavage | Fermeture de la vanne de vapeur | Préserver les conduites en SVR |

 **Lavage des gaz**

|  |  |
| --- | --- |
| **Définition** | **Conséquence** |
| Niveau très haut laveur103-AE-04 | Apres 15 min fermeture de la vanne d’eau FV435 |
| Niveau très bas laveur103-AE-04 | Arrêt de la pompe103-AP-35 ou 103-AP-38 |
| Basse vitesse du ventilateur | Arrêt du ventilateur |
| Vibrations élevées du ventilateur | Arrêt du ventilateur |

  **Manutention**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Définition** | **Conséquence** | **Raison** |
| Bourrage de la bande  | Arrêter le circuit de stockage et celui de reprise | Détérioration de la bande |
| Présence des métaux |
| Augmentation de la température du réducteur | Endommagement du réducteur |

1. ***LES BOUCLES DE REGULATION A L’UNITE ATTAQUE-FILTRATION***

 **VI.1 Constitution des chaînes de régulation**

Au sein de l’atelier phosphorique, il existe un certain nombre des chaînes de régulation qui se différent selon leurs rôles et leurs fonctionnement car il s’est avéré important de comparer en permanence, la valeur mesurée de la grandeur réglée à celle que l’on souhaite obtenir (consigne) et agir en conséquence sur la grandeur d’action, dite grandeur réglant . Les constituants d’une chaîne de régulation sont :

* **Capteur**

Le capteur est l’élément de la chaîne auquel est confiée laprise d'informations relatives à lagrandeur à mesurer. Le capteur est le premier maillon d'une chaîne de régulation.

* **Actionneur**

À l’autre extrémité de la chaîne de régulation, c’est-à-dire en aval du régulateur, se trouve l’actionneur. C’est l’organe de commande de la grandeur réglant, à travers lequel la chaîne entière exerce son action sur le processus.

* **Transmetteur**

Cet appareil, essentiel dans la majorité des chaînes de régulation, remplit en fait un rôle quelles que soient la nature de la grandeur physique mesurée et son niveau, le transmetteur la transforme en effet en une grandeur, électrique ou pneumatique, normalisée.

 **VI.2 Schéma fonctionnel**

le variateur de vitesse de l’extracteur agit sur sa vitesse et ceci suivant le sens de l’écart entre la mesure de niveau de la chambre de calmage et la consigne donnée par le calculateur.



**VI.3 Schéma de principe d’une Boucle de régulation du niveau (bac à pulpe)**

#### Bac de dégazage

#### Bac à pulpe

*Boucle de régulation de niveau*

Cette chaîne de régulation consiste à contrôler le niveau de la pulpe dans le bac de dégazage.

Pour cet objectif on mesure le niveau de la pulpe en transmettant le signal de mesure par le transmetteur au régulateur. Le régulateur envoie par la suite le signal de commande a variateur de vitesse de la pompe.

VI.4 Boucle de régulation du vide à l’intérieur du Flash Cooler

Cette chaîne de régulation consiste à contrôler le vide à l’intérieur du Flash Cooler. Le transmetteur convertie la pression mesurée en un signal électrique (4 à 20 mA) qui sera comparé avec la consigne au niveau du régulateur. L’écart entre la mesure et la consigne est compensé par l’ouverture ou la fermeture de la vanne régulatrice «  casse vide » permettant ainsi le réglage du débit d’entrée d’air.

Transmetteur

**IV.5 Chaîne de régulation de l’eau vers broyeur**

**Débit-mètre électromagnétique**

**Vers broyeur**

**Transmetteur**

**Mesure**

**Régulateur**

**Consigne**

# **MESURES DE SECURITE ET ZONES A RISQUE**

Les différents produits, réactifs et matières premières utilisés dans l’unité de production d’acide phosphorique ont une certaine toxicité et leur utilisation présente certains risques vis-à-vis du personnel de production et des installations.

## VII.1 Mesures de sécurité

* ***Système de détection et de lutte contre l’incendie***

Le système d’alerte anti-incendie doit être conforme à la législation locale.

En cas d’incendie, il doit être possible d’utiliser des extincteurs portables présents en divers endroits de l’installation. Le matériel doit être vérifié régulièrement et remis en ordre.

* ***Equipement de sécurité***

*Protection personnelles :* toute les personnes entrant dans les installations devraient porter des lunettes de sécurité ainsi que des chaussures de sécurité et un casque. Lors de la manipulation de produits chimiques, le port de gants de protection est fortement recommandé, et dans certains ;

*Douches de sécurité :* des douches de sécurité doivent être installés à proximité des tanks de réaction et de digestion, au rez-de-chaussée du bâtiment filtration, au rez-de-chaussée de la section concentration et dans la zone des stockage ;

*Laves yeux :* des laves yeux devraient être installés aux mêmes endroits que les douches de sécurité. De plus, il est fortement recommandé que les opérateurs aient en permanence sur eux un liquide neutralisant contre les projections d’acide dans les yeux

**VII.2 Zones à risque**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Equipements** | **Activité** | **Désignation du risque** |
| **Convoyeur à bande** | Manutention Phosphates | Incendie suite à l’échauffement anormal par manque d’entretien et graissage des parties mobiles |
| **Cuve d'attaque** | Attaque phosphate | Chute des agitateurs et le toit de la cuve devient ciel ouvert avec fissure, corrosion du béton, usure du briquetage et caoutchouc anti-acide des parois |
| **Cuve d'attaque** | Attaque phosphate | Projection d'acide causant des brûlures suite à l’usure de la tuyauterie |
| **Filtre à bouillie** | Filtration de bouillie | Écrasement d'une partie du corps suite à la prise par les vêtements captés par la bande en cas de manque carter |
| **Bacs de stockage**  | Stockage acide | Projection d'acide causant ainsi des brûlures et dégâts matériels sur toutes les zones autour lors des fuites sur tôles et/ou l’éclatement de la virole suite à l’usure et la corrosion |
| **Circuit de vapeur** | Concentration acide | Brûlure suite aux fissures, fuite et éclatement des joints, échauffement paroi externe et déplacement de la tuyauterie par l’usure de la tuyauterie due à la montée en pression dans le circuit et défaut sur soupape et/ou manque calorifuge |
| **Caniveaux**  | Récupération des effluents | Dégâts corporels suite aux Chute et entorse par manque de caillebotis |
| **Stock principal d'acide** | Stockage phosphorique | Dégât corporelle et matériels et accident de circulation lors des déplacements fréquents par voiture au stock principal |
| **Pompes** | Circuit à bouillie et acides | Projection d'acide causant des brûlures suite aux :- Fuites entre brides- Éclatement de la tuyauterie- Éclatement des jointsdues au montée en pression dans le circuit et au faux démarrage |

**IIX. Travaux effectués au sein de l’atelier phosphorique**

Dans le but de préserver l’installation, d’éviter la dégradation des équipements et pour maintenir le bon fonctionnement de l’usine pendant une longue période, des arrêts de l’unité sont prévus. La marche de l’usine est interrompue à afin de :

* Corriger les anomalies de fonctionnement,
* Entretenir les équipements défectueux,
* Ramener l’installation à son point de fonctionnement optimale.

Les types d’arrêts ainsi que les travaux à réaliser se résument selon les points suivant :

* + Arrêt non planifié :c’est un arrêt forcé qui n’est pas prévu et qui peut comprendre l’intervention process, mécanique, électrique et automatique ;
	+ Arrêt planifié : c’est un arrêt qui peut être journalier, hebdomadaire, mensuel ou annuel où des travaux d’entretien et maintenance des équipements sont effectués selon n planning.

Parmi les différents travaux effectués au sein de l’unité attaque-filtration, on cite :

* Inspection de la bonne marche des différents équipements de l’installation ;
* Nettoyage des alentours des équipements;
* Nettoyage des hottes de la cuve d’attaque;
* Décrottage d’entrée d’air (carneaux) ;
* Nettoyage de la gouttière entrée digesteur ;
* Nettoyage des hottes et les gaines d’assainissement ;
* Lavage périodique des toiles avec de l’eau chaude à une température de 60 à 70°C ;
* Entretien des différents équipements de l’installation ;
* Hygiène de l’installation.