



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences et de la technologie
Département de chimie industrielle

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Techniques
Filière : Sciences et génie de l'environnement
Spécialité : génie des procédés d'environnement

Réf. :

Présenté et soutenu par :
Alimi chahinez

Le : mercredi 16 septembre 2020

Procédé de fabrication industrielle d'hypochlorite de sodium et leur caractérisation

Jury :

Dr.	Rahali Hanane	MCA	Université de Biskra	Président
Dr.	Adaika kaltoum	MCB	Université de Biskra	Rapporteur
Dr.	Hamdi Ines	MCB	Université de Biskra	Examineur

Année universitaire : 2019 – 2020

Remerciements

Nous tenons à remercier DIEU le tout puissant pour toute la volonté et le courage qu'il nous a donné pour réaliser ce travail.

Bien évidemment nos premiers remerciements se doivent d'aller vers **Dr. ADAIKA Kaltoum**, enseignante à l'université Mohamed Khider-Biskra, pour nous avoir été la directrice de notre mémoire. Nos remerciements vont également aux membres du jury : pour avoir accepté de juger ce travail.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et mes sincères remerciements avant tout développement sur cette expérience, il apparaît opportun de commencer ce rapport de stage par des remerciements, à ceux qui m'ont beaucoup appris au cours de ce stage, et même à ceux qui ont eu la gentillesse de faire de ce stage un moment très agréable.

Monsieur, **Abdelhamid Kouider** il me paraît important de vous remercier infiniment de m'avoir accueilli dans votre entreprise. Merci également à vous et à tous les membres du personnel qui ont mis tout en œuvre pour que mon stage se déroule dans les meilleures conditions possible.

Je tiens à remercier vivement mon maître de stage Mr AISSAOUI Said et, Mme ZOURI Radia responsable du laboratoire au sein de l'entreprise, pour son accueil, le temps passé ensemble et le partage de son expertise au quotidien. Grâce aussi à sa confiance j'ai pu accomplir totalement mes missions. Il fut d'une aide précieuse dans les moments les plus délicats.

Je remercie également toute l'équipe de laboratoire et chaque section d'usine pour leur accueil, leur esprit d'équipe et en particulier Mr SETTI Mehdi, et Mr GUERNI Chams Eddine.

A tous et pour tout, Merci.

A decorative border of small red hearts surrounds the entire page.

Dédicace

Oma...

Remerciements.....	I
Liste des figures.....	II
Liste des tableaux.....	III
Nomenclature.....	IV

Sommaire

Introduction générale.....	01
----------------------------	----

Chapitre I : Présentation de l'entreprise

I .Introduction.....	02
I.1 Présentation de Sarl SASKO INDUSTRIE	02
I.2 Chaîne de production.....	03
I.2.1 Les matières premières.....	03
I.3 Dissolution et manutention de sel	04
I.4. Description du procédé	04
I.5. Les différentes sections d'usine.....	04
I.5.1.Section de saumure.....	04
I.5.2 Maison cellulaire.....	12
I.5.2.1: les étapes d'électrolyte et déchloration.....	14
I.5.3 Section de traitement des eaux.....	18
I.6 Les produits finis	23
I.7.Laboratoire Contrôle de Qualité.....	23

Chapitre II : Généralités sur l'hypochlorite de sodium

II. Introduction.....	25
II.1 Historique.....	25

II.2 Produits chimiques entrant dans la fabrication de l'hypochlorite de sodium.....	25
II.2.1 Le chlore	25
II.2.2 La soude caustique.....	26
II.3 Fabrication de l'eau de javel Procédé de fabrication d'hypochlorite de sodium.....	26
II.3.1 Historique.....	26
II.3.2 Procédé de fabrication d'hypochlorite de sodium.....	27
II.4 Etapes de fabrication d'hypochlorite de sodium.....	28
II.5 Production d'hypochlorite de sodium.....	28
II.6 Obtention du dichlore et de l'hydroxyde de sodium.....	29
II.7 Obtention de l'eau de Javel.....	30
II.8 Définitions de la concentration d'une eau de Javel.....	30
II.8.1 Degré chlorométrique ($^{\circ}chl$)	30
II.8.2 Pourcentage de chlore actif.....	30
II.9 Propriétés de l'hypochlorite de sodium.....	31
II.10 Sécurité pour L'homme.....	31
II.11 Sécurité pour L'environnement.....	32
II.12 Utilisations	32
II.13 les caractéristiques de l'hypochlorite de sodium	33
II.14 Classes et catégories de dangers- Etiquetages identification.....	33
II.15 Avantages et qualités de l'Eau de Javel.....	34
II.16 Désavantage	34
II.17 Conservation et précaution d'emploi.....	35

Chapitre III : partie expérimentale

III. Introduction.....	36
III.1 Analyses effectuées au niveau du laboratoire.....	36
III.1.1 Détermination d'hydroxyde de sodium dans le produit l'hypochlorite de sodium (NaClO).....	36

III.1.1.1 Réactifs	36
III.1.1.2 Appareillage.....	36
III.1.1.3 Procédure	36
III.1.1.4 Réactions.....	36
III.1.1.5 Calcul et expression des résultats	37
III .1.2 Détermination d’hypochlorite de sodium (NaClO) et de chlore actif contenu dans le produit hypochlorite de sodium.....	37
III .1.2.1 Réactifs	37
III .1.2.2 Appareillage	37
III .1.2.3 Réactions	37
III.1.2.4 Procédure	38
III.1.2.5 Calcul et expression des résultats.....	38
III.1.3: Détermination de taux de fer dans l’hypochlorite de sodium.....	39
III.1.4 Degré chlorométrique(°chl).....	41
III.1.5 Détermination de la densité.....	41
III.1.5.1 Définition.....	41
III.1.5.2 Principe.....	41
III.1.5.3 Appareillage.....	41
III.1.5.4 Mode opératoire.....	42
III.1.5.5 Calcul de la densité.....	42
Conclusion générale.....	45
Références bibliographiques	

Résumé

Liste des figures

Figure I.1 : Usine Sarl SASKO INDUSTRIE	2
Figure I.2 : la matière primaire d'usine (le sel).....	3
Figure I.3 : les étapes de Section de saumure	5
Figure I.4 : saturateur et recteur et récipient de dosage.....	7
Figure I. 5 : Clarificateur.....	8
Figure I.6 : Filtres anthracite A/B.....	9
Figure I. 7 : Filtres de polissage A/B.....	11
Figure I. 8 : Echanges d'ions.....	13
Figure I. 9 : électrolyseur.....	14
Figure I.10 : les étapes de section d'électrolyse.....	15
Figure I.11 : Schéma de principe de l'électrolyse à membrane.....	17
Figure I.12 : déchloration.....	18
Figure I.13 : MGF.....	20
Figure I.14 : unité osmosis inverse.....	21
Figure I.15 : SAC, SBA, MB.....	22
Figure I.16 : Le réfrigérateur.....	23
Figure I.17 : Le vaporisateur.....	23
Figure I.18 : laboratoire d'analyse.....	25
Figure II.1 : Fabrication industriel de l'hypochlorite de sodium.....	28
Figure II.2 : Etapes de fabrication d'hypochlorite de sodium.....	29
Figure II.3 : pictogramme de danger d'hypochlorite de sodium.....	35
Figure III.1 : détermination d'hydroxyde de sodium.....	39
Figure III.2 : détermination de chlore actif.....	41
Figure III.3 : Détermination de taux de fer.....	43
Figure III.4 : Aréomètre normalisé selon la norme ISO 650.....	46
Figure III.5 : HQ40D Portable Multi Meter Ph.....	46

Liste des tableaux

Tableau I .1 : Paramètres de sel.....	3
Tableau I .2 : Les normes du saturateur.....	6
Tableau I.3 : Les normes du réacteur.....	6
Tableau I.4 : Les normes du clarificateur.....	7
Tableau I.5 : les normes de Filtre anthracite A / B.....	8
Tableau I. 6 : Les normes de polissage A/B.....	10
Tableau I.7 : Les normes d'échanges d'ion.....	11
Tableau III .1 : Résultats des analyses chimiques du produit hypochlorite de sodium...	43

Nomenclature

Ppb: Part per billion

NTU: Néphélobimétrie Turbidité Unit

Ppm : Part per million

SBA : Strong Base Anion (Anion de base fort)

SBC : Strong Acide Cation (Cation Acide fort)

MB : Mixed Bed (Lit mixte)

EDM : Eaux Dé minéralisation

CLP : Classification, Labeling, Packaging)

SGH : Système général harmonisé

T.c.a : Teneur de chlore actif

INTRODUCTION
GENERALE

Introduction :

L'industrie du chlore joue un rôle prépondérant dans le développement industriel et économique mondial. Aujourd'hui, plus de 50 % du chiffre d'affaires, plus de 30 % des investissements et environ 25 % des emplois de l'industrie chimique mondiale reposent sur les activités chlore, soude et dérivés [1].

La soude et le chlore nous donne l'hypochlorite de sodium NaOCl ; c'est une solution claire légèrement jaune avec une odeur caractéristique et un composé qui peut être utilisé efficacement dans le cadre de la purification de l'eau. Il est utilisé pour de nombreuses applications telles que la purification de surface, le blanchiment et l'élimination d'odeurs [2].

L'eau de javel est une solution à la fois fongicide, virucide, bactéricide et biocide. Elle a ainsi la capacité d'éliminer tous les agents microbiens qui se trouvent sur une surface ou sur une matière. Dans l'univers de la médecine, elle reste particulièrement prisée car elle renferme également des vertus désinfectantes et antiseptiques. L'eau de javel reste l'un des produits les plus incontournables pour nettoyer efficacement le sol, les poubelles, les sanitaires ou encore les toilettes. Lorsqu'elle est associée à d'autres solutions détergentes, elle a des propriétés désodorisantes, blanchissantes et détachantes. Toutes ces propriétés rendent ce produit indispensable et sa production ne cesse d'augmenter à cause de la demande croissante.

Dans ce contexte nous avons choisi d'exposer le procédé de fabrication de ce produit très utile, ainsi que les analyses et tests effectués au laboratoire afin d'assurer sa conformité. En effet, cette mémoire est divisée en trois chapitres : Une présentation de l'entreprise, le deuxième concerne des généralités sur l'hypochlorite de sodium et son procédé de fabrication. Le troisième présente les méthodes et matériel utilisé pour effectuer ce travail et les résultats obtenus durant ce stage, et nous terminons ce travail par une conclusion générale.

Chapitre I :

Présentation de

l'entreprise

I.Introduction :

Dans ce chapitre nous choisissons la société Sarl SASKO INDUSYRIE pour étudier la chaîne de production, et la présentation de l'entreprise.

I.1.Présentation de Sarl Sasko industrie :

Sasko industrie est située au Oumache Biskra, entreprise algérienne privée, son métier c'est l'extraction, la préparation la production des produits chimiques.

L'entreprise a opté pour une stratégie de diversification à la fabrication des nouveaux produits, et crée un nouveau demain d'activité qui concerne les produits chimique, les produits fabriqués sont l'hypochlorite de sodium et l'acide chlorhydrique et la soude. Ces sont des produits fabriqués au niveau, et elles sont 100% algériens.

Sasko industrie est un de plusieurs entreprises majeures de la fabrication industrielle des produits chimique essentiels, elle a inaugurée janvier 2015, se compose de 70– 100 employés et son moyen de production environ 60000 Tonnes/ ans satisfait la demande local et même de quelque pays voisins comme la Tunisie.



Figure I.1 : Usine Sarl SASKO INDUSTRIE.

I.2. Chaîne de production :

I.2.1. Les matières premières : Trois matières premières sont utilisées

• **Le sel :** (NaCl) est la matière première pour la fabrication de la saumure qui est apportée de la ville d'Oued (sabkha).

Tableau I.1 : les paramètres de sel

N°	Paramètre	Valeur
1	Calcium Ca %	0,24 Max
2	Magnésium Mg %	0,1 Max
3	Sulfate SO ₄ %	0,5 Max
4	Chlorure de NaCl %	95 Min
5	Soluble dans l'eau %	1 Max
6	Humidité %	4 Max



Figure I.2 : la matière première d'usine (le sel).

• **L'électrolyse :** Nécessaire à l'atelier d'électrolyse, par la suite le courant alternatif est converti en courant continu pour l'alimentation des circuits d'électrolyse.

• **L'eau brute :** En quantité appréciable, est utilisée à différentes tendances dans l'usine, mais principalement pour la fabrication de l'eau déminéralisée par l'osmoseur, et la

fabrication de la saumure ainsi qu'à l'alimentation des chaudières et des refroidisseurs de soude caustique.

I.3. Dissolution et manutention de sel

Lorsqu'on met du sel dans un bassin (saturateur) avec l'eau brute et par le rôle d'action de barboté dans l'eau, Les forces qui assurent la cohésion du cristal de sel sont détachées et on obtient de solution liquide, La saumure obtenue doit être de concentration 305 à 310 g / L en NaCl et une température supérieur à 75°C.

I.4. Description du procédé

L'obtention d'un résultat satisfaisant du procédé d'électrolyse dans la cellule ; de pend d'une extrême pureté de la saumure, il est pourtant nécessaire d'éliminer les impuretés du sel. Principalement le calcium et magnésium et l'ion sulfate, le traitement de la saumure se fait selon les étapes

I .5. Les différentes sections d'usine

Il se compose de :

- Section de saumure
- Maison cellulaire
- Traitement des eaux

I .5.1.Section de saumure

La section principale de purification de saumure est composée du système de convoyeur de sel, du saturateur de sel, du réacteur, du clarificateur, du réservoir de saumure clarifié, du filtre anthracite, du réservoir de saumure filtrée et des installations associées.

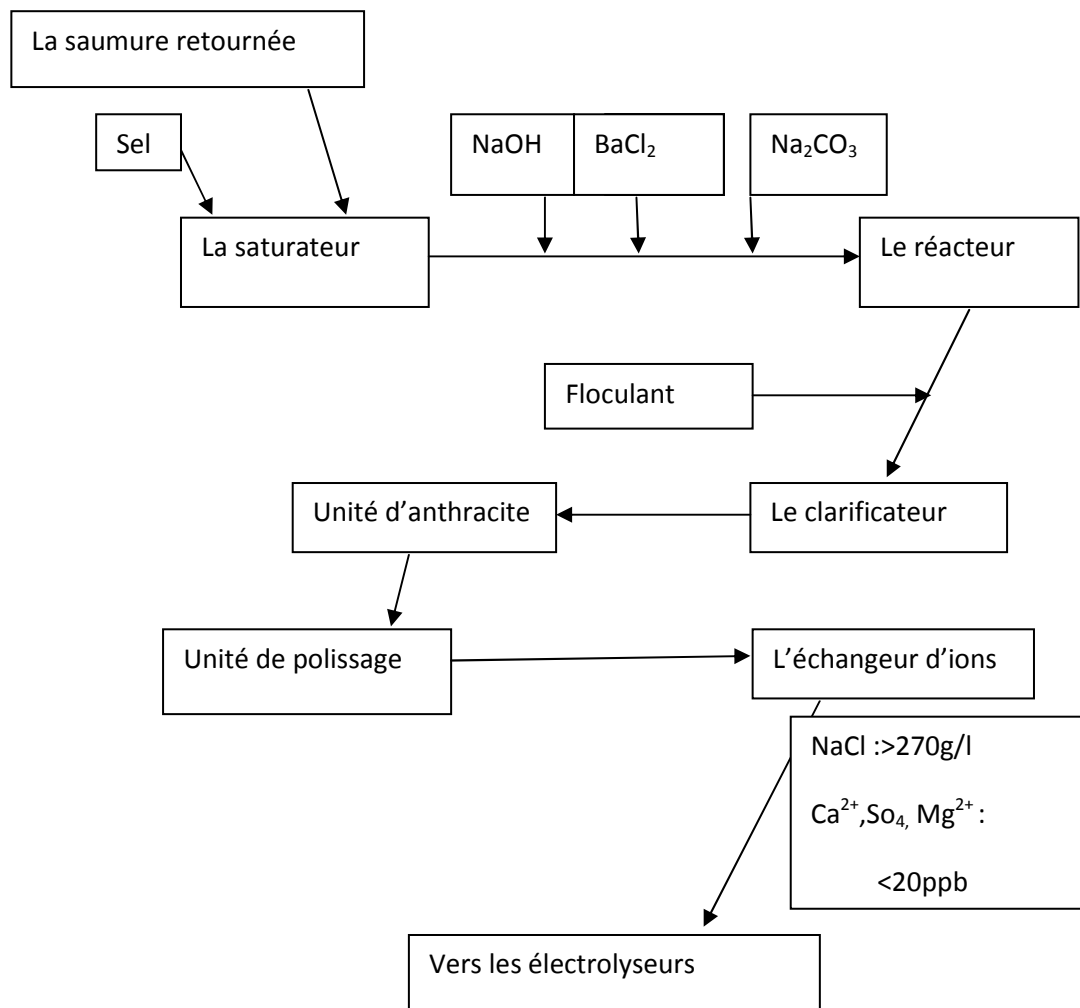
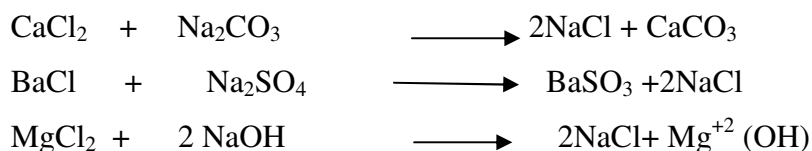


Figure I.3: les étapes de Section de saumure.

• **Saturateur et réacteur (Traitement chimique) :**

Transférant la saumure pour éliminer les impuretés sous forme de précipités ; qui sont le calcium (Ca) le magnésium (Mg) et le sulfate (SO₄) on utilisant des produits chimiques (Na₂CO₃,NaOH ,BaCl₂) selon les réactions suivant :



Puis on injecte les floculant afin de favoriser l'agglomération ou la floculation des impuretés par leurs rassemblements ce qui augmente leurs poids pour se décanter au fond du réacteur.

Tableau I.2 : Les normes du saturateur

Saturateur		
Paramètres	Unité	Spécification
NaCl	g/L	300 - 315
Chlorure libre	mg/L	Nil
Dureté de Calcium Ca	mg/L	100 - 200
Dureté de Magnésium Mg	mg/L	50 - 100
Alcalinité OH ⁻	mg/L	0 - 40
Alcalinité CO ₃ ⁻	mg/L	20- 100

Tableau I.3 : Les normes du réacteur

Réacteur		
Paramètres	Unité	Spécification
Alcalinité OH ⁻	mg/L	140 - 200
Alcalinité CO ₃ ⁻	mg/L	300 - 450



Figure I.4: saturateur et recteur et récipient de dosage.

- **Clarificateur (Traitement physique) :**

La saumure résultante sort le réacteur et avant elle entre le clarificateur (a la ligne) on ajoute le **floculant** à l'entrée du clarificateur, le **floculant** est un produit blanc sec à une concentration de 0,1% et après nous le mélangeons avec l'eau il devient un liquide conglutinant, l'apport de ce produit stimule la formation des flocons d'impuretés suspendues, ce qui permet la sédimentation efficace de ces impuretés dans le clarificateur.

Au niveau de la clarificateur il y'a deux facteur influencent l'opération de la clarification qu'ils sont, l'ajoute de l'eau froid dans le clarificateur sur la saumure chaud et car l'eau froid moins dense que la saumure elle jeu le rôle d'un isolat de les effets externes (perte de la chaleur) deuxième facteur et le niveau de les boues qui elles jouent le rôle de la plateforme pour les nouvelles boues.

Tableau I.4: Les normes du clarificateur

Clarificateur		
Paramètres	Unité	Spécification
NaCl	g/L	295 – 308
Turbidité	NTU	<10
pH		9 - 11
Alcalinité OH⁻	mg/L	140 - 200
Alcalinité CO⁻₃	mg/L	300 - 400
Dureté de Calcium Ca	mg/L	<10
Dureté de Magnésium Mg	mg/L	<5
Furète Total en Ca	mg/L	<10
Sulfate Na₂SO₄	g/L	<8



Figure I. 5: Clarificateur.

- **Filtration par anthracite A/B**

La saumure qui sort du clarificateur contient environ 10 ppm des solide ($Mg(OH)_2$, $CaCO_3$, $BaCO_3$, Na_2SO_4 ...) suspendues c'est pour ca il faut la passer par l'unité de filtration (Anthracite A/B) qui est constitue de 5 couches contient le charbonne , tel que les particules de chaque couches sont identiques mais elle sont de déférentes volume que les particules de les autres couche (la couche supérieur consiste en particule fines) , quand la saumure passe par ces couches cette dernière retenue les impuretés solide .

La saumure résultante envoyée à son réservoir .

Tableau I.5: les normes de Filtre anthracite A / B

Filtre anthracite A / B		
Paramètres	Unité	Spécification
Turbidité	NTU	<2
Chlorure	mg/l	Nil



Figure I.6 : Filtres anthracite A/B.

- **Filtration par polissage A / B (alfa cellulose) :**

La saumure filtrée sort le réservoir de l'anthracite avec une turbidité < 2 NTU, alors elle est passée à une autre unité appelée **unité de polissage**, dans cette unité les dernières traces de solide suspendu sont éliminés.

Le filtre de polissage de la saumure est constitué d'une colonne, à l'intérieur de ce colonne il y'a de nombre de cartouches filtrant suspendues verticalement et couvre par une matière spécifique (alpha cellulose) et par la pression de la pompe la saumure traverse les cartouches filtrants et les solides retenus sur la surface extérieure.

Au cours du service les solide retenus sur les cartouches forme un tourteau sur leur surface extérieur alors ils bouchent les trous microscopique de filtres, cette problème détecté par l'augmentation de la pression dans la colonne donc il faut relaver les filtres (régénération)

La saumure résultante envoyé a sa réservoir avec les propriétés suivante (turbidité : $< 0,1$; dureté : < 1 ppm ; PH : 10 – 11).

Tableau I. 6: Les normes de polissage A/B.

Filtre de polissage A/B		
Paramètre	Unité	Spécification
Turbidité	NTU	$< 0,1$
Dureté Total (Ca+Mg)	mg /l	< 1

Chlorure libre	Mg/l	Nil
pH		10 -11



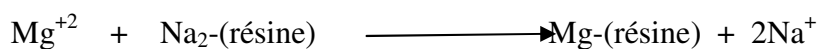
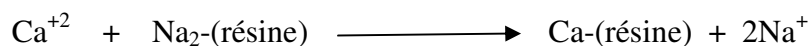
Figure I. 7 : Filtres de polissage A/B.

- **Filtration par échanges d'ion A/B (la résine) :**

Elle est la dernière unité de la section **sumure**, la saumure obtenu de l'unité de plissage qui elle a une teneur d'environ $< 1\text{ppm}$ de la concentration de Ca et Mg qu'il faut être éliminé jusqu'à **20 ppb** max pour que la saumure soit convenable aux cellules de membrane des les électrolyseurs ce but est effectué par passage de la saumure par les échangeurs d'ion.

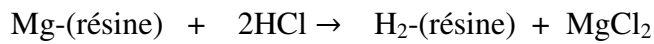
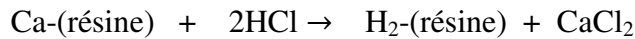
Ce procédé est effectué par le mécanisme d'échange ionique dans des colonnes remplies **résine** qui elle une est matière a une très haute sélectivité pour le cation de calcium et de magnésium.

Les réactions d'échange ionique peuvent être exprimées par les formules suivantes :

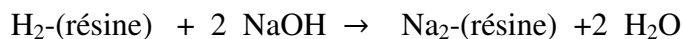


Ces réaction continuent jusqu'a se qu'un équilibre que correspond la saturation de la résine, alors elle doit être rétablie en son état original qui effectue par une autre réaction utilisant consécutivement HCl 7% et NaOH à 4% :

- Les réactions de régénération



- Réaction de reformage :



Enfin la saumure en val de l'unité d'échange d'ion est apportée dans le réservoir d'alimentation de la saumure pure (hyper pure) en passant par l'échangeur de la chaleur. La saumure résultante que ne contient plus de calcium et magnésium et puis vers les électrolyseurs.

On observe que après chaque étape de purification la saumure envoyée a un réservoir avant elle prend sa direction à l'étape suivant, on utilité les réservoirs pour maintenir le niveau de flux de la saumure.

Tableau I.7 : Les normes d'échanges d'ion

Echanges d'ion		
Paramètre	Unité	Spécification
Dureté Total (Ca+Mg) en Ca	µg /L	<20
pH		10-11



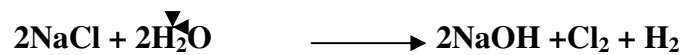
Figure I. 8 : Echanges d'ions.

I.5.2 Maison cellulaire

Section d'électrolyse :

- Puis elle est transmise à un bac de stockage ; ensuite elle est envoyée par deux pompes à l'électrolyseur où on fait l'électrolyse de la saumure. L'électrolyseur utilisé est constitué par un nombre déterminé de cellules. Chaque cellule est constituée d'une anode en titane, cathode en nickel et une membrane poreuse. Ces cellules sont assemblées et branchées aux bornes de la cathode et de l'anode du redresseur qui assure l'alimentation en courant continu de ces cellules pour que les réactions de l'électrolyse se produisent.

- Seuls les ions sodium (Na^+) vont migrer de l'anode vers la cathode à travers la membrane pour se combiner avec les ions hydroxydes (OH^-) pour former de la soude caustique (NaOH) de 31% à 32% selon la réaction :



La soude caustique produite sera collectée dans un réservoir de stockage. ; Cette soude sera diluée à une concentration de l'ordre de 18% afin de l'utiliser dans la production de l'hypochlorite de sodium ; Le chlore gaz recueilli au niveau de l'anode sera acheminé vers le réacteur pour la production de l'hypochlorite de sodium (eau de Javel) ou pour la production

d'autres produits comme l'acide chlorhydrique HCl, L'hydrogène formé lors de la réduction de l'eau au niveau de la cathode sera dissipé dans l'atmosphère (air libre).



Figure I. 9 : électrolyseur.

I.5.2.1: les étapes d'électrolyte et déchloration

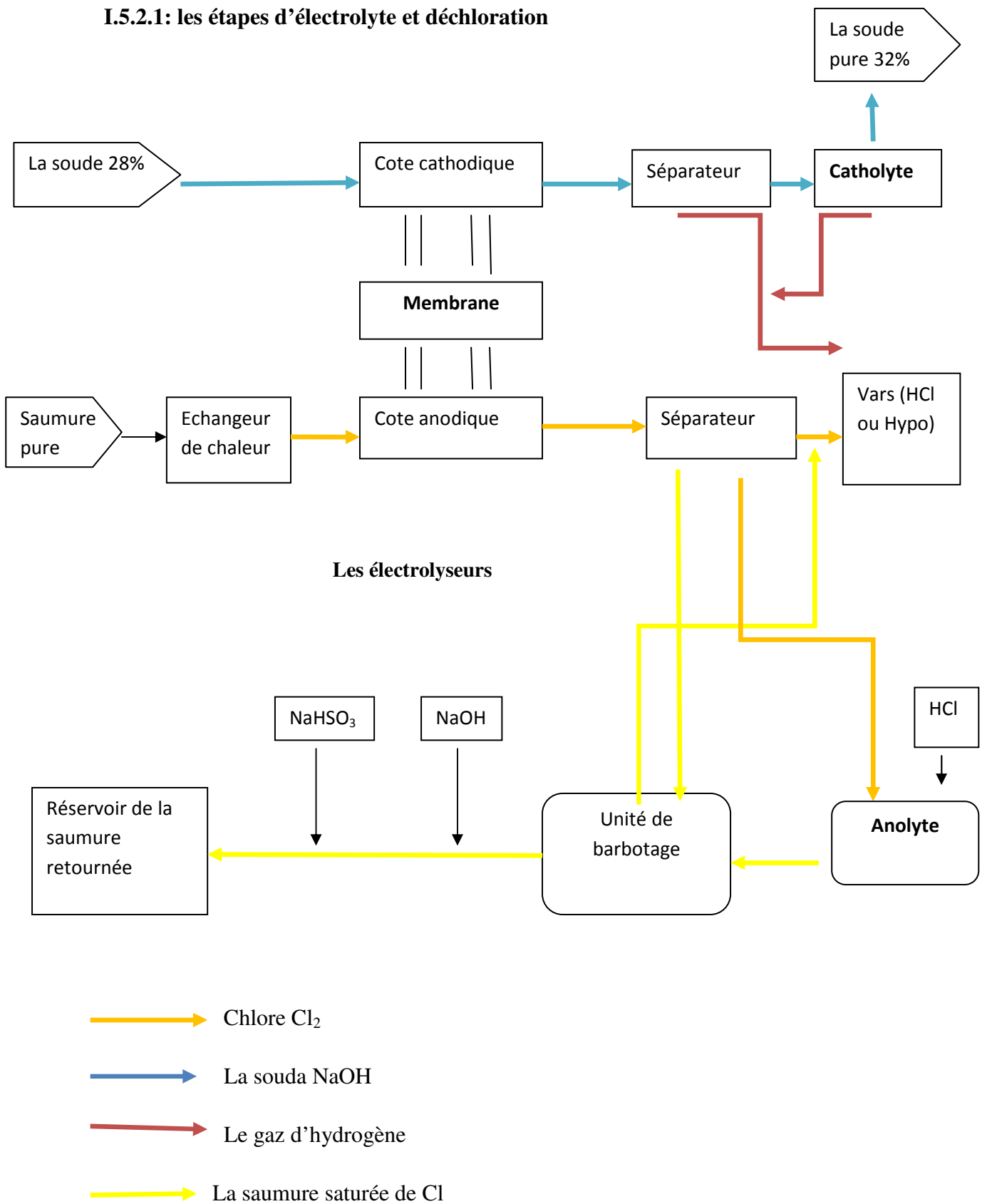


Figure I.10: les étapes de section d'électrolyse.

Cette section est la plus importante tous les sections car elle constitue de deux unités principaux **les électrolyseurs et le système de déchloration.**

Pour une performance optimale les électrolyseurs ont besoin de température spécifique c'est-à-dire que les produits d'alimentation (la saumure, la soude) doivent être apportés aux électrolyseurs à des températures, la température exacte dépend de la charge de installation, en val de l'échangeur ionique, la saumure passe par l'échangeur de chaleur, dans lequel la température monte jusqu'à environ 75-80 °C, S'il faut chauffer la saumure dépend de la charge des cellules. Un contrôle de température est installé à la sortie de ce réchauffé pour assurer la température correcte de la saumure.

Remarque :

L'opération normale de installation est possible sans chauffage la charge de courant est supérieure à une certaine valeur, alors sous les conditions normales la saumure passe dans la bac d'alimentation sans chauffage. Le chauffage est surtout nécessaire pour le démarrage et s'il ya des charges basses.

La saumure entre les électrolyseurs, qu'ils de class chlore – alcali visant à produire du dihydrogène, de soude, de déchlorer à partir d'une saumure par l'apport d'énergie électrique (courant électrique).

Le principe de cette méthode :

La matière première est du chlore-alcali et l'électrolyte est un sel commun (NaCl)

La Réaction électrochimique est selon la formule :

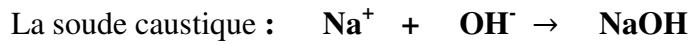


L'oxydation des ions chlorure Cl^- se provoque à l'anode, tandis que l'eau est réduite à l'hydrogène et l'ion OH^- à la cathode. Pour ce faire, le saumure pure spécialement préparée (Ca^{2+} et Mg^{2+} ion <20 ppb) est introduit dans le compartiment d'anode.

Dans chaque électrolyseur on a deux électrodes de certain métal (bien déterminé) à chaque électrode, on a demi réaction ayant lieu sont :

A la cathode (-) il se forme :





A l'anode (+) il se forme du chlore :

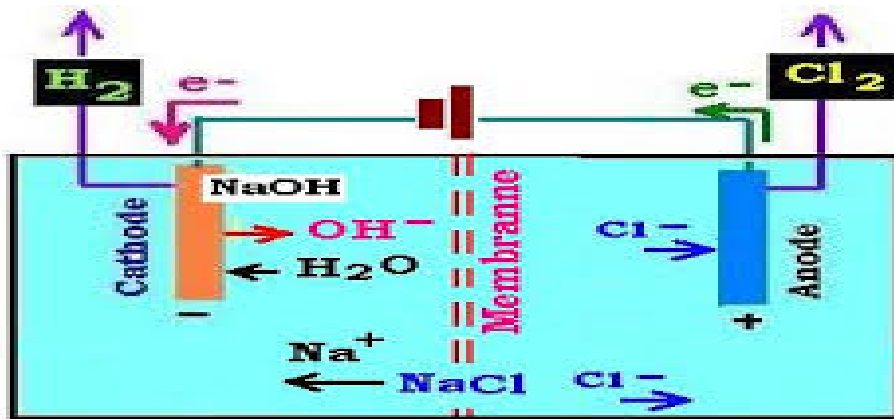


Figure I.11 : Schéma de principe de l'électrolyse à membrane.

Une membrane cationique sélectif sépare le compartiment cathodique de l'anodique (Seulement les ions sodium hydratés peuvent traverser la membrane. A l'aide d'un champ électrique, l'ion chlorure sont bloqués très bien. En conséquence, les ions OH^- se combinent avec des ions Na^+ dans le compartiment cathodique pour former de la soude caustique pure,

A la fin, on procède au mélange de la soude caustique et du chlore obtenus par le procédé pour obtenir de l'eau de javel.

Systeme de déchloration :

La saumure sortie de l'électrolyseur du cote anode saturée de chlore passée a travers d'un séparateur, il sépare le gaz (chlore) du liquide (la Saumure), le gaz de chlore envoyé par une ligne principale pour produire l'eau de javel et l'acide chlorhydrique et la saumure passée par un système de décoloration pour l'élimination total de chlore.



Figure I.12 : dé chloration

La saumure sort forme d'anolyte (saumure + Cl_2) est saturée de chlore, Avant d'être pompée a le saturateur (section saumure) la saumure.

Doivent être totalement décolorée, ce qui est effectuée au système de déchloration a trois phases :

A la sortie de la séparateur liquide-gaz la saumure épuisée s'écoule vers un réservoir de déchlorure primaire qui représenté la première phase par gravitation ou elle acidifié, le chlorate présente dans la saumure peut réagir avec l'acide chlorhydrique, ce qui donne lieu a la formation de Cl_2 , la saumure épuisée est pompée vers le déchlorure secondaire (phases 2) et le chlore récupérée est envoyé à la ligne principale du gaz, le déchlorure secondaire représenté la deuxième phase, au cette phase le chlore est éliminé par le barbotage de l'air, la saumure sort avec une concentration résiduelle de chlore d'environ 20mg / L et le gaz envoyé à la ligne principale de chlore.

La saumure est traitée par la soude pour neutraliser le Ph et pour l'empêcher la saumure pauvre surtout de la décoloration est alcaline immédiatement. La soude ajoutée a la sortie de déchlorure secondaire.

Dans troisième phase le chlore est neutralise par un mécanisme chimique en utilisant Bisulfite de sodium NaHSO_3 et la soude caustique NaOH .

On ajoute une quantité de bisulfite de sodium pour assurer qu'il n'y plus de chlore emporte vers le saturateur (section saumure), et s'il y'a un petit peu de déchlorure libre dans la saumure

les bougée carbonique du filtre de polissage et la résine de l'échangeur d'ions le éliminés, et cette dé chloration chimique peut être exprimée par la réaction suivante :



La solution passe par deux contrôle de pH et de potentiel redox, ce control est une chose essentielle car UN pH trop bas peut résulter en décomposition de chlorât (formation de chlore dans le saturateur et un pH trop élève peut résulter la dissolution de silice, de même, un potentiel trop haut peut résulter en échappement de Cl_2 libre. L'hydroïde de sodium sort de cote catholyte saturé de dihydrogène passé a trévère d'un séparateur (gaz-liquide) le gaz de dihydrogènes envoyé par une ligne principale à la section HCl et l'hydroïde de sodium passé a réservoir catholyte qu'il fonctionne à vide, les deux phases liquide gaz est séparés, le gaz envoyé a la ligne principale et l'hydroïde et sodium pur va stocker dans ses réservoirs pour autres utilisation(vent, Fabrication de hypochlorite ...)

I.5.3 Section de traitement des eaux

L'utilité est la section de la basse te que dans cette unité il y'a de production de :

- L'eau processus (distillée)
- L'eau déminéralisée (DM)
- Vapeur d'eau
- L'air processus
- L'air sec
- L'extraction de diazote (N_2)

A partir des les unités suivantes :

Unité MGF (mule granulaire filtre) :

L'eau brute entrée dans MGF qui est unité contient pierres des déférentes volumes pour évites le sable et le sol dans l'eau, cette procède basée sur le phénomène de décantation, tel que sous la force de poids le sable et les solides lourds tombent vers le bas, l'eau résultante est plus claire les sels minéraux ≈ 1330 ppm, pH =(5,5 ; 6,5).



Figure I.13 : MGF.

Unité OSMOSIS inverse (RO) :

L'osmose inverse est un système de purification de l'eau contenant des matières des solutions par un système de filtrage très fin qui ne laisse passer que les petites molécules l'unité RO qui est constituée de deux parties la première est une série de tubes cylindriques et la partie la plus importante est MEMBRANE qui est composée de filtres microscopiques.

L'eau résultante de l'unité MGF traitée au niveau de la première partie par trois produits des rôles différents ; SMPAS (sodium), solution de phosphates (anti-scalant), l'acide HCl car la diminution de pH aide la dissolution de précipitations (CaCO_3)



Figure I.14 : Unité OSMOSIS inverse

Remarque :

L'eau produite à partir de (MGF et RO) est d'un type d'eau de processus utilisée pour la dissolution du sel et nettoyage et refroidissement des pompes et pour la chaudière (pour fait la vapeur)

Unité DM :

Est un système basé sur l'échange des ions et l'échangeur d'ions sont des macromolécules insolubles (résine) comportant des groupements, ayant la propriété d'échanger de façon réversible.

Ce système est composé de deux colonnes les parois de chaque colonne couvert par une matière spécifique (résine) attire un seul type d'ion.

Remarque 1 :

- SAC éliminé le cation(+)
- SBA éliminé l'anion(-).
- MB éliminé les deux (cation et l'ion)

A la fin de cette étape l'eau résultante est distille de conductivité $\ll 1\mu\text{S}/\text{mm}$



Figure I.15 : SAC, SBA, MB.

Remarque 2 :

Utilisation de l'eau déminéralisée est pour régénération échangeur ionique et pour préparation Naoh 18% et HCL et dilution Naoh vers électrolyse 31% jusqu'a 29%

Le réfrigérateur :

De rôle est très important, il refroidit ou bien diminution la température de l'eau filtrée pour la utiliser à refroidissement les instruments (les pompes, les filtres, refroidissement de hypochlorite de sodium)



Figure I.16 : Le réfrigérateur.

Le vaporisateur :

Pour obtenir d'un vapeur la utilité à la section saumure (dissolution se NaCl dans l'eau) et électrolyse.



Figure I.17: Le vaporisateur

Le séchage de l'air atmosphérique :

Diminution de pourcentage de l'eau, obtention d'un air processus (il a une teneur en humidité) pour utiliser nettoyage, et air sec c'est pour instrument, vannes automatique.

L'extraction d'azote (N₂) :

Le procédé chimique suivant à la synthèse de l'ammoniac (NH₃) pour hydrogénation de diazote N₂ gazeux, en présence d'un catalyseur, Diazote est une molécule diatomique composée de deux d'azote, et forme un gaz incolore composant 78% de l'air, pour neutralisation ligne Cl₂ et ligne H₂.

I.6 Les produits finis

Cette usine, elle a inaugurée janvier 2015 elle produit, la soude caustique, l'hypochlorite de

sodium, l'acide chlorhydrique

La capacité de production de l'acide chlorhydrique est de 22300 T/an ; le chlorure d'hydrogène est produit par synthèse directe entre le dichlore et le dihydrogène La synthèse est réalisée par combustion du dichlore avec le dihydrogène, la température atteinte.



La réaction a lieux en présence d'un excès de dihydrogène afin d'être sur que tout le dichlore a réagi [3].

Quant à la soude caustique, la capacité de production arrive à 24 000 T/an ; l'hydroxyde de sodium NaOH est fabriqué par électrolyse d'une solution de chlorure de sodium NaCl [4].

Par ailleurs, une quantité de 42 000T d'hypochlorite de sodium est produite chaque année par la même usine : les solutions d'hypochlorite de sodium sont fabriquées par barbotage de chlore (à l'état gazeux) dans de la soude caustique diluée. Le chlore et la soude utilisés sont obtenus par électrolyse de la saumure (NaCl).

Les produits fabriqués dans ce secteur sont utilisés dans le traitement des eaux, la production des détergents.

I.7.Laboratoire Contrôle de Qualité

Le laboratoire SARL Sasko industrie Oumache couvre une grande surface, un laboratoire de contrôle de qualité bien équipé, animé par un staff diplômé, qualifié et expérimenté, Grâce aux études de formulation menées aux analyses physicochimiques effectuées, il constitue le garant de la qualité auprès des clients.

Le laboratoire joue un rôle déterminant au niveau de toutes les étapes de la réalisation du produit. Il intervient au niveau de la sélection des matières premières, telles que le sel et contrôle l'évolution de la qualité au cours du processus de fabrication. Le personnel du laboratoire joue le rôle d'interlocuteur technique avec les clients et participe à l'agrément de nouvelles gammes de produits.

Chaque matière première réceptionnée et chaque produit fini fabriqué dans l'entreprise sont systématiquement échantillonnés et analysés dans le laboratoire, pour confirmer leur conformité par rapport aux normes et aux exigences des clients.

Des contrôles de qualité sont effectués en cours de fabrication, pour assurer l'uniformité et la stabilité de la qualité des produits. Enfin, des certificats d'analyse sont délivrés pour accompagner la marchandise expédiée au client.



Figure I.18: Laboratoire d'analyse.

Chapitre II :

**Généralité sur
l'hypochlorite de sodium**

II. Introduction

Le présent chapitre est consacré à des généralités sur l'hypochlorite de sodium ; ses propriétés, sa fabrication et son utilité ainsi que les risques qui peuvent être provoqués suite à son utilisation.

II.1 Historique

Claude Louis Berthollet (1748-1822), découvre en 1785 les propriétés de blanchiment des solutions aqueuses d'hypochlorite de sodium et de chlorure de sodium. C'est dans une usine d'un petit village d'Ile de France, Javel, que Berthollet met au point la fabrication industrielle de cette solution qui devient alors célèbre sous le nom d'eau de Javel. De nos jours, elle est obtenue industriellement essentiellement par réaction directe du dichlore sur de la soude, eux même produits par électrolyse du chlorure de sodium. La production mondiale est estimée à plus de 600 000 t / an exprimés en dichlore contenu (quantité de dichlore que pourrait dégager l'eau de javel par action d'acide chlorhydrique). La production française est de l'ordre de 40 000 t / an de dichlore contenu, ce qui correspond, à l'utilisation d'environ 1 million de berlingots d'eau de Javel concentrée par jour ouvré. L'eau de javel est utilisée principalement pour son action désinfectante et son pouvoir blanchissant.

L'eau de Javel est une solution d'hypochlorite (Na^+ , ClO^-) de sodium et de chlorure de sodium. Elle est obtenue par dissolution de dichlore dans une solution d'hydroxyde de sodium. (Le dichlore se dismute en milieu basique)

II.2 Produits chimiques entrant dans la fabrication de l'hypochlorite de sodium.

II.2.1 Le chlore

Le chlore (symbole Cl, numéro atomique 17) est un élément chimique de la famille des halogènes. Sa molécule Cl_2 (le dichlore) est un gaz verdâtre plus lourd que l'air. Irritant et suffocant, il fut employé comme gaz de combat pendant la Première Guerre mondiale. Trop réactif pour exister à l'état libre, le chlore est très répandu dans la nature, dans les eaux salées et les gisements de sel notamment, à l'état d'halogénures. Il est aussi un constituant important [5].

II.2.2 La soude caustique

L'hydroxyde de sodium est une base forte, aisément soluble dans l'eau ; Lors de la production de chlore, on obtient automatiquement aussi les coproduits: l'hydroxyde de sodium et l'hydrogène. L'hydroxyde de sodium ou lessive de soude possède, tout comme le chlore, un large champ d'application.

- Elle intervient dans la fabrication de pâte à papier, savon et fibres textiles.
- Elle sert à la neutralisation des eaux acides dans les stations d'épuration, au nettoyage des bouteilles à boissons et des citernes, à l'élimination des colorants lors du recyclage du papier, au lavage des gaz de fumées des centrales thermiques, à la fabrication de l'aluminium.
- il fournit l'ion sodium, nécessaire à la synthèse de dérivés de sodium exigeant un milieu basique (silicates, perborates, phosphates, ...).
- il garantit un milieu très réactif, nécessaire dans les mécanismes de substitution et de condensation, qui permet la production d'agents chimiques intermédiaires purs et solubles [6].

II.3 Fabrication de l'eau de javel

II.3.1 Historique

C'est dans les années 1770 que le suédois Scheele découvre un gaz verdâtre par action de l'acide chlorhydrique sur le dioxyde de manganèse. Quarante ans plus tard les travaux de Gay-Lussac en France et de Davy en Angleterre montrent qu'il s'agit d'une nouvelle molécule : le dichlore (du grec chloros : vert). L'observation par Berthollet dans les années 1790 des propriétés décolorantes de ce gaz le conduit à préconiser son emploi en solution (c'est-à-dire sous forme d'eau de chlore) pour le blanchiment des textiles en remplacement de l'étendage sur pré, trop long et trop dépendant des conditions climatiques. Mais l'eau de chlore qui libère facilement du dichlore toxique est d'un emploi délicat et sa concentration en chlore est limitée par la solubilité réduite du dichlore dans l'eau (2,2 litres de dichlore par litre de solution à 25°C, sous 1 bar, soit 101,3 kPa). Pour remédier à ces inconvénients, le dichlore a d'abord été dissous dans une solution alcaline d'hydroxyde de potassium. Cette solution de «chlorure décolorant», contenant des ions hypochlorites, reçut le nom d'eau de Javel. Cette réaction chimique - l'hydroxyde de sodium, meilleur marché, remplaçant l'hydroxyde de potassium - reste à la base de la fabrication industrielle des extraits et eaux de Javel. Un procédé électrochimique peut être adopté pour des utilisations locales particulières.

II.3.2 Procédé de fabrication d'hypochlorite de sodium

La fabrication de l'hypochlorite de sodium se fait selon la réaction :



Au début du 20^{ème} siècle, l'industrie du chlore et de la soude qui s'est développée rapidement a modifié les procédés traditionnels. L'hypochlorite de sodium est fabriqué par l'absorption de chlore sur une solution de soude à plus de 18 %. Le chlore et la soude sont obtenus par l'électrolyse de la saumure. Le chlore est ajouté ensuite sous forme gazeuse à la soude. Dans la fabrication par le procédé standard de l'hypochlorite de sodium à 13 % de chlore actif (50° chl.), la quantité de chlorure de sodium (NaCl) est maintenue telle quelle.

Dans le cas de la fabrication de l'hypochlorite de sodium à 24 % de chlore actif (100° chl.), une grande partie du sel est éliminée par précipitation et filtration. Un excès de soude est maintenu dans les solutions d'hypochlorite de sodium afin de stabiliser le pH à au moins 12 et afin de limiter la vitesse de décomposition [7].

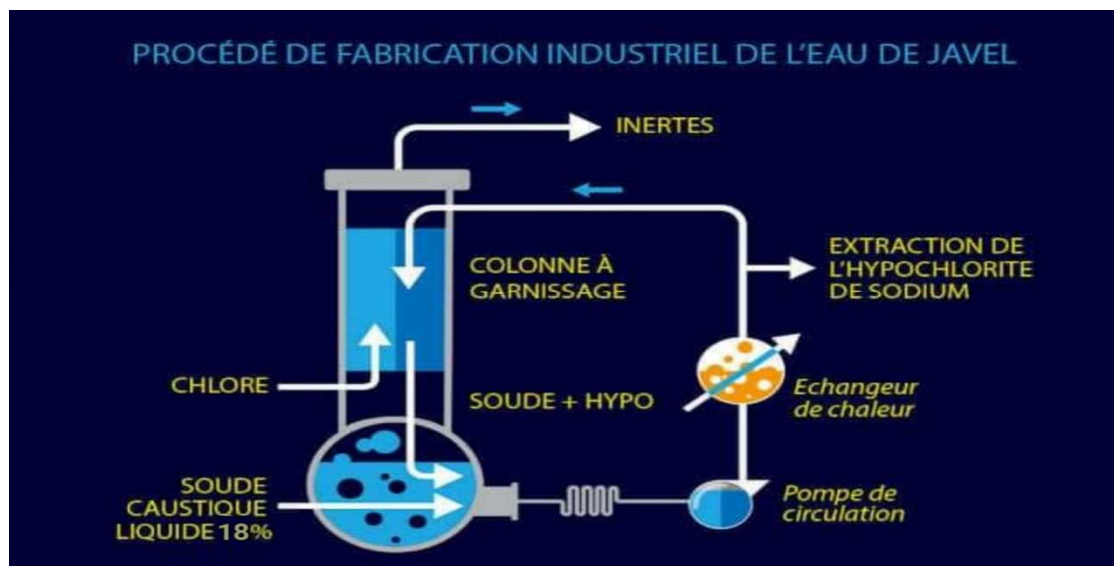


Figure II.1: Fabrication industriel de l'hypochlorite de sodium.

II.4 Etapes de fabrication d'hypochlorite de sodium

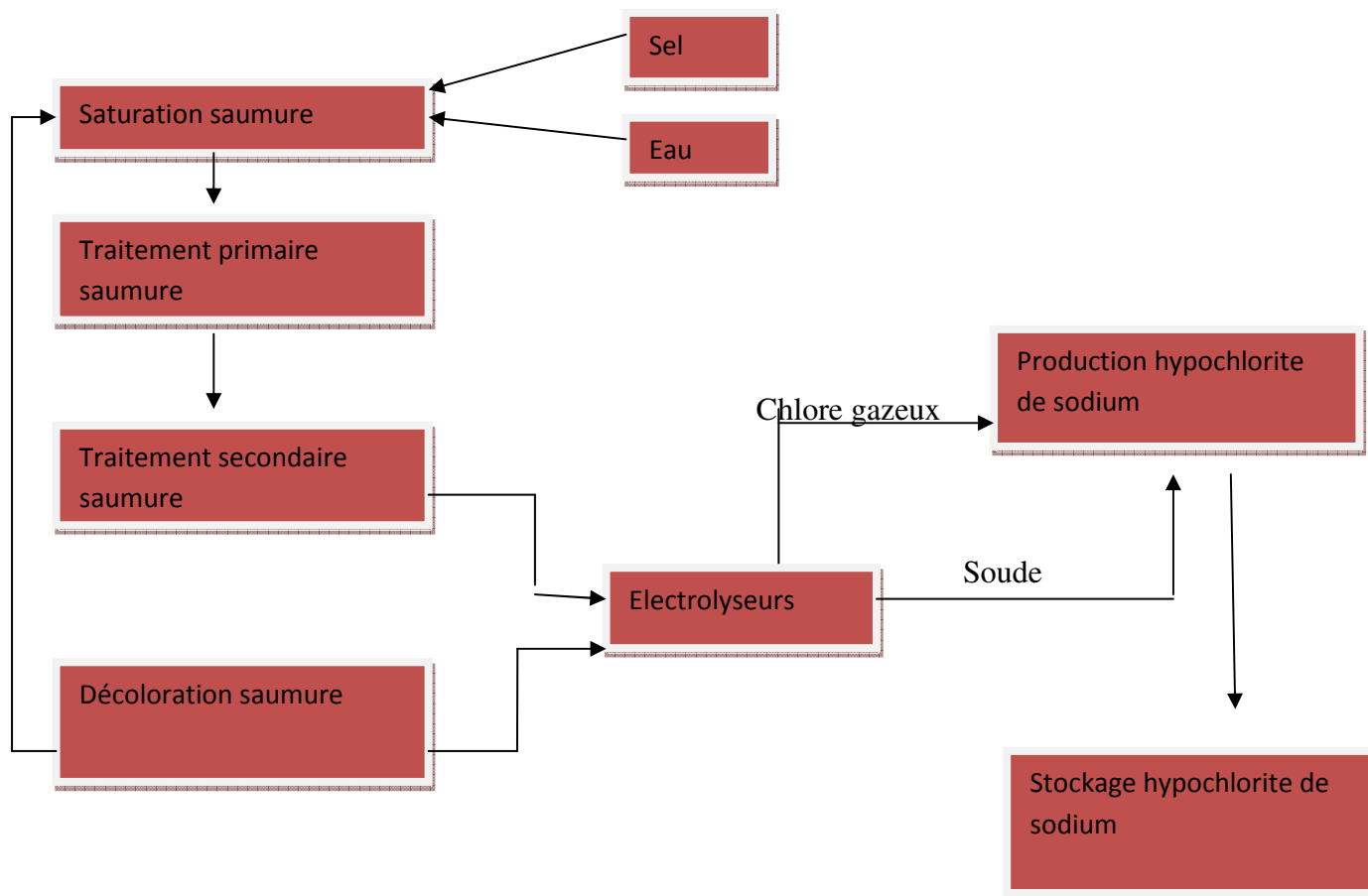


Figure II.2 : Etapes de fabrication d'hypochlorite de sodium.

II.5 Production d'hypochlorite de sodium

La soude et le chlore qui sort de l'électrolyse sont acheminés vers l'hypo-réacteur ; où la soude se rentre sous forme d'une douche sur le chlore gaz avec l'hypochlorite de sodium qui est produite dans une colonne de neutralisation par la soude et le chlore ; l'hypochlorite de sodium produite est envoyer vers 2 bacs et cette quantité doit être refroidit à travers un échangeur a (15°C) et recyclé jusqu'à atteindre le niveau requis.

Lorsque on atteint ce niveau l'hypochlorite de sodium est envoyer automatiquement aux bacs de stockage ; afin de proposer le produit final à la vente, ce dernier sera conditionné dans plusieurs bacs de stockage hermétiquement clos ; de capacité 125m³, Ces bacs sont

disposés dans un endroit sec et frais, à l'abri de la lumière solaire directe et la chaleur et métaux lourds et peuvent contenir le produit pendant une semaine.

II.6 Obtention du dichlore et de l'hydroxyde de sodium

Le dichlore et l'hydroxyde de sodium sont, à l'heure actuelle, essentiellement produits par électrolyse de solutions aqueuses de chlorure de sodium. A l'anode, du dichlore est produit selon la demi-réaction d'oxydation suivante :



A la cathode, on assiste à la réduction de l'eau avec production d'ions hydroxydes :



La production de dichlore et de soude nécessite la séparation des deux produits dès leur formation car sinon, il y aurait, en solution, formation d'ions hypochlorites donc d'eau de Javel, selon la réaction :



De plus, à l'état gazeux, le mélange des deux gaz, Cl_2 et H_2 est explosif. Donc par mesure de sécurité, chaque électrolyse est équipée d'une installation capable de transformer le chlore hautement concentré en un hypochlorite de faible concentration.

L'électrolyse du chlorure de sodium, en solution, est utilisée à grande échelle pour produire du dichlore et de la soude en utilisant des membranes ou des diaphragmes séparant les compartiments anodique et cathodique ou des cellules à cathode de mercure qui évitent, dans un premier temps, la réduction de l'eau et donc la formation d'hydroxydes.

Il existe alors trois techniques différentes d'électrolyse :

- le procédé à l'amalgame de mercure, aussi appelé l'électrolyse à mercure.
- l'électrolyse à diaphragme.
- l'électrolyse à membrane [6].

Vue leurs impacts très négatif sur l'environnement, les deux premiers procédé ne sont plus utilisés (ou de moins en moins utilisés) ; Dans le cas de l'usine sarl sasko industrie, est utilisé, le procédé de l'électrolyse membranaire qui est beaucoup plus respectueux pour l'environnement[8].

II.7 Obtention de l'eau de Javel

Industriellement, l'eau de Javel est essentiellement obtenue en dissolvant, selon la réaction (3), du dichlore gazeux provenant d'une électrolyse (voir ci-dessus), dans une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium résultant de cette même électrolyse. Chimiquement, cette réaction est une dismutation du chlore en ion chlorure et en ion hypochlorite. Les eaux de Javel sont donc des solutions aqueuses contenant les ions suivants : ClO^- , Na^+ et Cl^- , ainsi que des ions OH^- en excès.

Deux contraintes s'imposent aux installations industrielles :

- La réaction de dissolution du dichlore dans la solution de soude étant fortement exothermique et les ions hypochlorites instables à la chaleur, le milieu doit être refroidi et maintenu à une température ne dépassant pas 30- 40°C.
- Les solutions d'hypochlorites sont corrosives et surtout, elles sont décomposées en présence de faibles quantités d'ions métalliques : les cuves et canalisations sont en polychlorure de vinyle (PVC), les pompes sont en titane.

II.8 Définitions de la concentration d'une eau de Javel

II.8.1 Degré chlorométrique (*°chl*)

Il donne le pouvoir oxydant d'un litre d'eau de Javel, à 20°C, exprimé en litres de dichlore gazeux sous 1 bar (101,3 kPa) et à 0°C. Il correspond au dichlore gazeux utilisé pour fabriquer l'eau de Javel. Cette définition est utilisée essentiellement dans les pays francophones. Un litre d'eau de Javel de dilution courante, 12°chl., peut, en **milieu acide**, libérer douze litres de dichlore gazeux ou, en milieu basique, possède sensiblement la même action décolorante que douze litres de dichlore. Cette valeur est à comparer avec la solubilité limitée du dichlore dans l'eau.

II.8.2 Pourcentage de chlore actif

Au niveau européen, a été retenue cette définition, anglo-saxonne, du titre d'une eau de Javel. Il rend compte, comme le degré chlorométrique, de la quantité totale de dichlore utilisé lors de sa fabrication. Toutefois, le pourcentage de chlore actif, pour une même qualité d'eau de Javel dépend de sa masse volumique qui elle-même varie avec le mode de préparation. En effet, la solution préparée par dilution d'eau de Javel à 25 % de chlore actif est moins dense (une partie des ions Na^+ et Cl^- a été retirée) qu'une eau de Javel préparée directement. Par ailleurs, l'expression chlore actif désigne le chlore de l'hypochlorite, de nombre d'oxydation +I, est effectivement actif, mais aussi le chlore, de nombre d'oxydation -I, inactif comme

oxydant, présent sous forme d'ions Cl^- (voir réaction 3). Les concentrations obtenues industriellement sont généralement de 12,5 à 13% de chlore actif et ces solutions sont dénommées extraits. Le terme extrait est réservé aux solutions titrant au moins 10,7 % de chlore actif, les solutions de titre inférieur étant appelées eaux de Javel. La concentration des extraits peut atteindre 25 % de chlore actif : dans ce cas le chlorure de sodium contenu précipite en partie et est retiré de la solution. L'hypochlorite de sodium se présente toujours sous forme d'une solution, bien que le sel hydraté ait été isolé, mais c'est un solide instable qui ne peut être commercialisé sous cette forme.

II.9 Propriétés de l'hypochlorite de sodium

La solution d'hypochlorite de sodium, communément appelée « eau de Javel » est un liquide jaune clair ; d'odeur caractéristique, il peut se décomposer lentement avec le temps. La condition et la vitesse de décomposition sont liées aux paramètres importants suivants: concentration d'hypochlorite, température, lumière et impuretés métalliques [8]. L'eau de Javel se présente sous forme liquide (en bouteilles ou en berlingots) ou solide (en pastilles).

Propriétés oxydantes : l'eau de Javel est d'autant plus oxydante que son pH est faible, son action décolorante et désinfectante est, en partie, due à sa capacité d'oxyder de nombreux composés organiques.

Propriétés désinfectantes : elles sont dues au pouvoir bactéricide de l'acide hypochloreux qui diffuse à travers la paroi des cellules des bactéries en détruisant des protéines membranaires.

Propriétés détergentes : elles sont apportées par un détergent approprié compatible avec l'Eau de Javel (présence dans sa composition d'un détergent cationique, par ex. l'OXYDE d'AMINE qui est particulièrement stable en milieu fortement oxydant), et éventuellement un parfum pour laisser à la surface traitée une odeur agréable.

II.10 Sécurité pour L'homme

La concentration pondérale en soude libre, présente pour assurer la stabilité, est toujours inférieure à 1 %.

Le contact direct avec les yeux ou la peau s'il est suivi d'un rinçage immédiat ne provoque pas de lésions permanentes.

Lorsque l'Eau de Javel est mélangée avec des produits acides, il se produit un dégagement de chlore gazeux, très irritant, qui alerte immédiatement l'utilisateur. Le risque de contact

prolongé est ainsi évité et les incidents rapportés sont, à de très rares exceptions près, toujours bénins et limités dans le temps.

Lorsque l'Eau de Javel est mélangée à l'urine, il se produit un dégagement de NCl_3 (trichlorure d'azote ou trichloramine) qui est irritant pour les voies respiratoires.

Lorsque l'Eau de Javel est utilisée en milieu professionnel ou industriel, il est obligatoire de se procurer la Fiche de Données de Sécurité (FDS) auprès du fabricant. [9]

II.11 Sécurité pour L'environnement

L'hypochlorite de sodium est un produit hautement réactif et se transforme rapidement pendant et après son utilisation.

La réaction principale au cours de son utilisation est une oxydation qui entraîne à terme sa décomposition (à environ 99 %) en chlorure de sodium (sel de table), oxygène et eau.

D'autres substances se forment, en faible quantité, par réaction avec les substances organiques et azotées dans le milieu ; mais sur le plan environnemental, elles doivent être prises en compte.

Ces sous-produits sont le chloroforme, les AOX (halogènes organiques adsorbables) appartenant à la classe des composés organohalogénés et les acides chloroacétiques.

De nombreuses études ont été effectuées qui, ensemble, fournissent une base sérieuse pour évaluer les risques en ce qui concerne l'hypochlorite lui-même ainsi que les substances AOX formées pendant l'utilisation domestique de l'Eau de Javel. Des scientifiques qualifiés indépendants en ont tiré la conclusion suivante :

- la quantité d'AOX formée pendant ou suite à l'utilisation ménagère est extrêmement faible et la plupart de ces sous-produits sont facilement dégradables, ont une toxicité faible et ne sont pas bio-accumulables.
- les dioxines ne sont pas présentes dans les produits à base d'hypochlorite de sodium et ne se forment pas dans les conditions d'utilisation [9].

II.12 Utilisations

- Désinfectant, blanchissant.
- Traitement de l'eau.
- En chimie organique, oxydant doux pour passer d'un alcool au composé carbonylé correspondant.

II.13 Les caractéristiques de l'hypochlorite de sodium

L'hypochlorite de sodium est une solution claire légèrement jaune avec une odeur caractéristique.

L'hypochlorite de sodium a une densité relative de 1,1 (5.5% de solution aqueuse) Utilisé comme agent de blanchissement domestique, il contient 5% d'hypochlorite de sodium son pH est d'environ 11 et il est irritant. S'il est plus concentré, c'est-à-dire s'il contient une concentration de 10-15% d'hypochlorite de sodium son pH est d'environ 13. Il est brûlant et corrosif. L'hypochlorite de sodium est instable. Le chlore s'évapore à un taux de 0.75g de chlore actif par jour depuis la solution. Alors l'hypochlorite de sodium chaud se désintègre. Cela se déroule également lorsque l'hypochlorite de sodium vient en contact avec les acides, la lumière du soleil, certains métaux, poisons et gaz corrosifs, incluant le chlore gazeux. L'hypochlorite de sodium est un oxydant puissant et réagit avec les composés inflammables et les réducteurs. La solution d'hypochlorite de sodium est une base faible qui est inflammable. On doit avoir ces caractéristiques à l'esprit lors du transport, du stockage, et de l'utilisation de l'hypochlorite de sodium.

II.14 Classes et catégories de dangers- Etiquetage et identification

Nom UICPA hypochlorite de sodium

Synonymes oxychlorure de sodium

N°CAS 7681-52-9

N°ECHA 100.028.790

N°CE 231-668-3

Conforme règlement CLP/SGH

Corrosion cutanée /irritation cutanée, catégorie 1B

Danger pour le milieu aquatique, toxicité à court terme (aigue), catégorie 1



Figure II.3 : pictogramme de danger d'hypochlorite de sodium.

H314 : Provoque de graves brûlures de la peau et de graves lésions des yeux

H400 : Très toxique pour les organismes aquatiques

H400 : Très toxique pour les organismes aquatiques [10].

II.15. Avantages et qualités de l'Eau de Javel

En conclusion, l'Eau de Javel grâce à ses propriétés uniques, est depuis longtemps le produit d'hygiène irremplaçable que l'on utilise toujours aujourd'hui pour l'entretien de la maison :

- Elle blanchit le linge ;
- c'est un excellent produit de détachage et permet d'éliminer des mauvaises odeurs (par destruction des microorganismes et oxydation des composés odorants)
- c'est un désinfectant à spectre d'activité complet. Son emploi ne se limite pas à l'entretien de la maison ;
- elle est aussi utilisée dans les hôpitaux, les écoles, en restauration collective et dans l'industrie agro-alimentaire pour prévenir la prolifération des infections bactériennes et virales. ;

Dans le traitement de l'eau potable : l'eau de Javel ou le dichlore en solution donneront, au pH de l'eau, un mélange de HClO et de ClO^- , Ce traitement, par formation de composés organochlorés, donne à l'eau un goût désagréable [9].

II.16 Désavantage

L'hypochlorite de sodium est une substance dangereuse et corrosive. Lorsque l'on travaille avec de l'hypochlorite de sodium des mesures de sécurité doivent être prises pour

protéger les travailleurs et leur environnement. L'hypochlorite de sodium ne devrait pas rester en contact avec l'air, car cela peut provoquer sa désintégration [11].

II.17 Conservation et précaution d'emploi

- L'Eau de Javel se conserve à l'abri de la chaleur, de la lumière et du soleil, se référer à la date de péremption indiquée sur l'emballage.
- Les flacons d'Eau de Javel doivent être maintenus fermés et conservés en position verticale.
- L'Eau de Javel ne doit pas être entreposée à proximité de produits oxydants (pastilles et "chlore solide") ou de produits acides.
- Il est nécessaire de se référer aux recommandations et préconisations sur l'étiquette de l'eau de javel que vous avez achetée.
- L'Eau de Javel doit être conservée hors de la portée des enfants.
- Il ne faut pas préparer les solutions d'Eau de Javel en présence d'enfants en bas âge.
- Il ne faut pas transvaser dans un récipient habituellement utilisé pour des matières alimentaires, afin d'éviter tout risque de confusion avec une boisson.
- L'Eau de Javel peut endommager les vêtements.

En cas de manipulations professionnelles de quantités importantes, le port de gants et de lunettes adaptés est recommandé, toujours se référer aux prescriptions du fabricant [12].

Chapitre III :

Partie expérimental

III. Introduction

Afin d'assurer la conformité du produit fini par rapport aux exigences de normes mondiales, et afin d'assurer son uniformité et sa stabilité de qualité, il est nécessaire d'effectuer une série d'analyses et les refaire au niveau du laboratoire chaque heure. Dans le cas de la réception d'un avis de non-conformité, il est impératif d'effectuer d'autres tests.

III.1. Analyses effectuées au niveau du laboratoire

III.1.1 Détermination d'hydroxyde de sodium dans le produit l'hypochlorite de sodium (NaClO):

III.1.1.1 Réactifs

- Eau distillée neutre
- Peroxyde d'hydrogène (eau oxygénée) H₂O₂ neutre (3%)
- Acide chlorhydrique HCl 0.1N
- Phénolphtaléine indicateur coloré

III.1.1.2 Appareillage

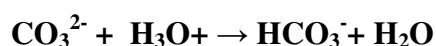
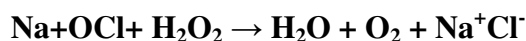
- Erlenmeyer de 250ml
- Pipette de 5ml
- Burette de 10 ml

III.1.1.3 Procédure

- Prélever 10 ml d'eau distillée neutre qui ne contient pas de dioxyde de carbone dans un erlenmeyer de 250 ml.
- Pipeter 1ml de l'échantillon NaClO dans l'erlenmeyer ;
- Ajouter le peroxyde d'hydrogène H₂O₂ neutre (à 3%) (environ 10 ml) ;
- Ajouter 3à 4gouttes d'indicateur phénolphtaléine et titrer avec l'acide chlorhydrique HCl à 0.1N jusqu'au premier point de virage (disparition de la couleur rose) ;
- Noter le volume S=(vHCl) à 0.1N (en ml) consommé pour le point de virage.

III.1.1.4 Réactions

Les réactions qui ont lieu sont:



III.1.1.5 Calcul et expression des résultats

$$\begin{aligned}\text{NaOH (g/l)} &= 40 * 0.1 * F * S * 100 / (1000 * V) \\ &= 0.4 * F * S / V\end{aligned}$$

On à $F=10$; $S=2,4$; $v=1$

Alors : $\text{NaOH} = 9,6 \text{ g/l}$



Couleur rose

titrage

couleur transparent

Figure III.1: détermination d'hydroxyde de sodium

III .1.2 Détermination d'hypochlorite de sodium (NaClO) et de chlore actif contenu dans le produit hypochlorite de sodium

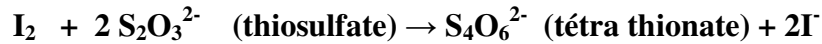
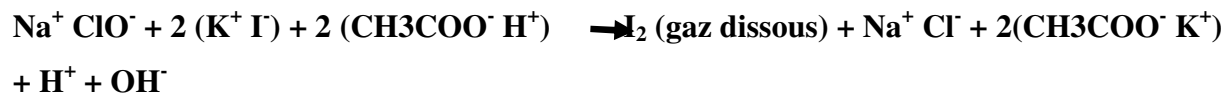
Le principe d'oxydation de l'iodure de potassium en milieu acétique et titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium 0,1 N .

III .1.2.1 Réactifs

- Iodure de potassium (10%)
- acide acétique glacé
- indicateur d'amidon
- solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

III .1.2.2 Appareillage

- pipette de 10ml
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Burette de 10 ml

III .1.2.3 Réactions**III.1.2.4 Procédure**

- prélever erlenmeyer de 250ml.
- Pipeter 1ml de l'échantillon NaClO dans l'erlenmeyer.
- Ajouter 10ml d'iodure de potassium (10%) +10ml d'acide acétique (3%) et agiter quelque secondes doucement.
- Titrer l'iode libéré avec 0.1N solution Na 2S 2O 3 jusqu'à ce que le mélange devienne jaune.
- Ajouter 1ml de solution d'indicateur d'amidon et continuer le titrage jusqu'à ce que la couleur bleu foncé du complexe iode amidon disparaît (S=ml de Na2S2O3 (0.1N) consommés).

III.1.2.5 Calcul et expression des résultats

$$\text{NaClO (g/l)} = 3.721 * 0.1 * F * S$$

On à S=43,9

Alors : NaClO = 163.3519 g/l

$$\text{NaClO (\%)} = \text{NaClO (g/l)} * 100 / 1000 \times d$$

On à d=1,220

Alors : NaClO (%) = 13,3895

La teneur en grammes de chlore actif par litre(T c.a. g/l) est donnée par l'expression :

$$\text{T.c.a (g/l)} = 3,546 * 0.1 * F * S$$

Alors : T.c.a =155,6694 g /l

La teneur en pourcentage de chlore actif T.c.a(%) est donnée par l'expression :

$$\text{T.c.a (\%)} = \text{T.c.a (g/l)} * 100 / 1000 \times d$$

Alors : T.c.a(%) = 12.75



Couleur rouge brik foncé



Couleur jaune



Couleur bleu foncé



couleur transparent

Figure III.2: détermination de chlore actif

III.1.3: Détermination de taux de fer dans l'hypochlorite de sodium

Le taux de fer est déterminé avec une appareil Le spectrophotomètre UV-VIS DR 6000 offre des performances optimales pour les procédures de routine en laboratoire et les applications de photométrie les plus exigeantes. Ce système a été conçu en vue de l'efficacité du travail dans les laboratoires professionnels. Un logiciel intelligent assiste le responsable de laboratoire dans ses tâches d'étalonnage, dans la gestion de l'assurance qualité et le développement d'applications personnalisées ; cette analyse est faites une fois par semaine.

- Faire évaporer l'échantillon de 10 ml d'agent de blanchiment à l'hypochlorite de sodium jusqu'à siccité. Ajouter de l'eau sans fer (de préférence distillée) pour faire 50 ml (5 fois le volume d'origine de l'échantillon d'hypochlorite de sodium prélevé)
- Utiliser ci-dessus la solution préparée numéro 1 pour déterminer le fer total dans la solution préparée, en utilisant la méthode Ferro Ver comme indiqué dans la section F (9.8.1) et prendre la lecture en mg / l
- Calculez le fer dans l'échantillon d'agent de blanchiment à l'hypochlorite de sodium en multipliant les valeurs de lecture ci-dessus par 5.

Les résultats concernant l'analyse du taux de fer dans l'hypochlorite de sodium sont présentés dans la figure III-3.

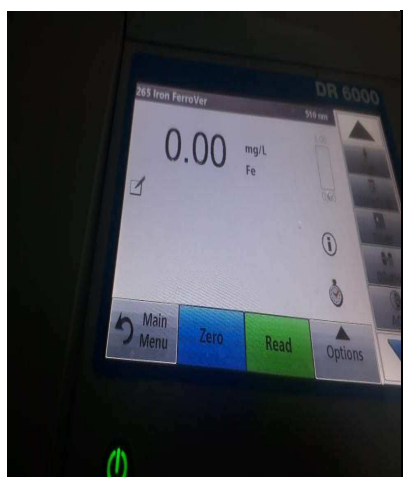
Alors : $0,01 * 5 = 0,05$; $Fe = 0,05 \text{ ppm}$



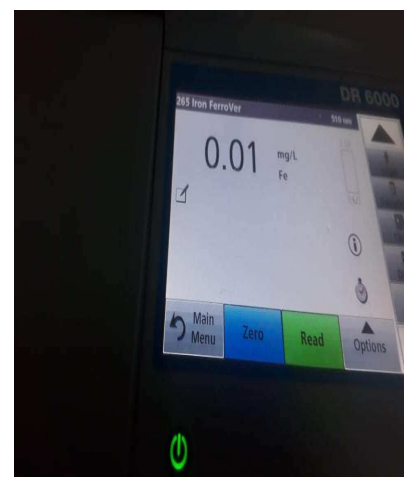
Le spectrophotomètre UV-VIS DR 6000



produit pour Ferro Ver



Pour Réglage



le résultat

Figure III.3: Taux de fer dans l'hypochlorite de sodium

III.1.4 Degré chlorométrique(°chl) :

$$^{\circ}\text{chl} = \text{T.c.a (g/l)} / 3,17$$

Alors : °chl=49,10

d : est la densité à 20° C de la solution d'hypochlorite de solution

N : est la normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée (N=0.1)

S : est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium consommé pendant le titrage

F : est égal au rapport V_1/V_2 dans lequel V_1 est le volume, en millilitres, du matras jaugé servant à la dilution et V_2 le volume, en millilitres, de la solution d'hypochlorite de sodium ayant servi à la préparation de la dilution.

Pour les différentes solutions d'hypochlorite de sodium le facteur R a pour valeurs :

F: 10 pour les solutions à 10°- 12°

F : 20 pour les solutions à 18°- 20°

F: 50 pour les solutions à 47°- 50°

Le degré chlorométrique (°Chl) : donne le pouvoir oxydant d'un litre d'eau de Javel, à 20°C, exprimé en litres de dichlore gazeux sous 1 bar et à 0°C. Il correspond au dichlore gazeux utilisé pour fabriquer l'eau de Javel. Cette définition était utilisée essentiellement dans les pays francophones [13].

Le % de chlore actif : au niveau européen, a été retenue cette définition, anglo-saxonne, du titre d'une eau de Javel. Il rend compte de la quantité totale de dichlore utilisé lors de la fabrication de l'eau de Javel. Toutefois, le % de chlore actif, pour une même qualité d'eau de Javel, dépend de la masse volumique de l'eau de Javel qui elle même varie avec le mode de préparation de l'eau de Javel [13].

III.1.5 Détermination de la densité

III.1.5.1 Définitio

La densité est le rapport entre la masse d'un certain volume d'Eau ou de Concentré de Javel à 20 °C et la masse du même volume d'eau distillée à 20 °C. Cette valeur est exprimée sans unité.

III.1.5.2 Principe

La méthode recommandée est la méthode par aréomètre couramment dénommé "densimètre".

III.1.5.3 Appareillage

- Aréomètres (dénommés "densimètres") normalisés selon la norme ISO 650 :
- Eprouvette de 250 ml.

- Thermomètre gradué en demi-degré.

III.1.5.4 Mode opératoire

- Nettoyer et sécher tout l'appareillage avant utilisation.
- Amener l'Eau ou le Concentré de Javel à une température de $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$.
- Verser l'Eau ou le Concentré de Javel dans l'éprouvette tenue inclinée afin d'éviter la formation de bulles d'air.
- Placer l'éprouvette verticale, plonger doucement l'aréomètre ou "densimètre" en le maintenant dans l'axe de l'éprouvette et en le retenant dans sa descente. Lorsqu'il a pris une position d'équilibre, l'enfoncer légèrement, puis le laisser reprendre une position d'équilibre, sans qu'il touche l'éprouvette ou le thermomètre.
- Noter la lecture sur l'échelle correspondant au plan d'intersection de la surface liquide horizontale avec la tige. Pour faire la lecture, regarder l'échelle à travers le liquide, en ajustant la ligne de visée pour être dans le plan de la surface du liquide.
- Relever la valeur obtenue (masse volumique : ρ)

III.1.5.5 Calcul de la densité

La densité d est égale à ρ / ρ_0 (eau, 20 °C)

ρ = masse volumique de l'Eau ou du Concentré de Javel en Kg/m^3

ρ_0 = masse volumique de l'Eau en Kg/m^3 à 20 °C = 998,2



Figure III.4 : Aréomètre normalisé selon la norme ISO 650.

Les résultats obtenus à partir des autres analyses chimiques sont résumés dans le tableau 1. D'après ce tableau on constate que tous les résultats obtenus des tests effectués sont dans les normes exigées.

Tableau III .1 : Résultats des analyses chimiques du produit hypochlorite de sodium

Paramètre d'analyse	La méthode	Les résultats	Les normes
Teneur en chlore actif (g/l)	Titrimétrie	155,6694	De 146 158
Teneur en chlore actif (%)	Titrimétrie	12.75	De 12.16 12.95
NaOH(g/l)	Titrimétrie	9.6	10 maximums
Degré chlorométrique	Titrimétrie	49.10	48±2
Densité à (20°C) Kg/m ³	Densimètre (1200-1300)	1220	1200 – 1220
NaClO (%)	Titrimétrie	13.3895	12à13.5
Aspect	Visuelle	Jaune	
ph		11,5	11,5 – 12,5
Iron. (Fe) (ppm)	spectromètres	0.05	0.2 maximums

Remarque :

Le potentiel hydrogène, noté pH est déterminé avec une appareil HQ40D Portable Multi Meter pH, Le potentiel hydrogène, noté pH, est une mesure de l'activité chimique des hydrons en solution. Notamment, en solution aqueuse, ces ions sont présents sous la forme de l'ion hydronium. Plus souvent, le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution. Ainsi, dans un milieu aqueux à 25 °C



Figure III.5 : HQ40D Portable Multi Meter pH

Discussion :

La conformité aux exigences réglementaires et aux spécifications des clients est primordiale lors de la fabrication d'hypochlorite de sodium. Dans cette étude nous avons effectué quelques analyses chimiques courantes pour vérifier la conformité du produit hypochlorite de sodium fabriqué par la société Sarl Sasko industrie. D'après les résultats obtenus, le produit est bien conforme à normes exigées

Conclusion général

Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail était de développer une prise de conscience des règles de sécurité au long de la période de formation avant de travailler avec des produits dangereux et très concentrés (HCl, NaOH, NaOCl).

Cette formation interne a pleinement répondu à mes attentes car je souhaitais découvrir la production industrielle d'hypochlorite de sodium dans une usine **Sarl SASKO Industrie** à partir de matières premières (eau, sel et électricité) et réaliser un ensemble des analyses chimiques à l'intérieur du laboratoire pour faire correspondre les caractéristiques de l'hypochlorite aux normes internationales qui correspondent à la gazette officielle, et parmi les spécifications (degré, densité, température).

Nous avons constaté que l'hypochlorite fabriqué à **Sarl SASKO Industrie** répond à toutes les normes.

Référence
bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] F. Delmas. Production de chlore et de soude par le procédé à membrane échangeuse d'ions. Journal de Physique IV Colloque, 1994.
- [2] <https://www.lenntech.fr/procedes/desinfection/chimique/desinfection/desinfectants-hypochlorite-sodium.htm#ixzz5GhBejLL2>
- [3] (<http://www.societechimiquedefrance.fr/extras/Donnees/mine/hcl/texhcl.htm>), Société Chimique de France.
- [4] http://edu.ge.ch/decandolle2/IMG/pdf/302_synthese_de_NaOH_sept2007.pdf.
- [5] <https://w.universalis.fr/encyclopedie/chlore/ww>
- [6] ABDELHAK N, KELLOU M A : Conception d'un système de comptage automatisé à l'usine FCI : Partie automatisation par API S7-1200mémoire de fin d'étude, Université Kasdi Merbah Ouargla 2016
- [7] Chambre Syndicale Nationale de l'Eau de Javel NEUILLY-SUR-SEINE ; Edition mai 2010
- [8] <http://www.adwanchem.com/products/>
- [9] J.N Joffin, B Chevalier: HYPOCHLORITES ET EAUX DE JAVEL unités de concentration, préparation des solutions désinfectantes version Mars 2015.
- [10] Sodium hypochlorite - In : HSDB. US NLM, 2003 (<https://toxnet.nlm.nih.gov/>).
- [11] <https://www.lenntech.fr/procedes/desinfection/chimique/desinfection/desinfectants-hypochlorite-sodium.htm#ixzz6RF5h3hKs>
- [12] Chambre Syndicale Nationale de l'Eau de Javel NEUILLY-SUR-SEINE ; Edition mai 2010
- [1 3] : Journal officiel de la république algérienne N°13 ,2007.

I. Présentation des résultats des analyses :

I.1.L'analyse de sel gemme brute :

❖ Spécification des matières premières , utilité et produits chimiques :

✓ Sel gemme brut

Comme tous les zones industrielle le sel utilisé au SARL SASKO INDUSTRIE est sel industriel qui rapporté de marais salant d' ELHAMRAYA des caractiristiques suivantes :

Humidité	5%	Max
NaCL	94%	Min
Ca	0,2%	Max
Mg	0,08%	Max
SO ₄	0,5%	Max
Matières insolubles	0,5%	Max

➤ Mode action :

1-Humidité % :

- ✓ Nous pesons **m= 10g** de sel
- ✓ Nous prenons la quantité pondérée de sel puis la mettons dans un appareil de mesure humidité pendant une demi-heure. comme indiqué dans la figure suivante.

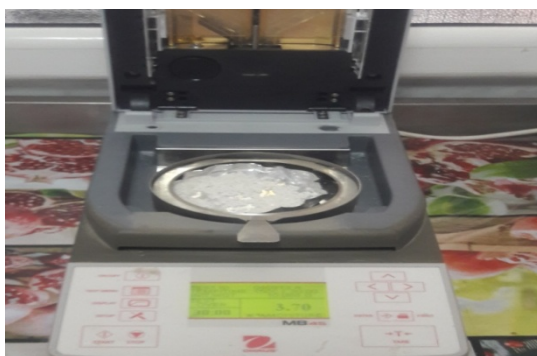


Figure : Appareil mesure humidité

2- chlorure de sodium NaCl % :

- ✓ Nous prenons un bicher rempli d'eau et vidons en $m = 10g$ et le mettons sur le dispositif de résistance jusqu'à ce que le sel soit complètement dissous dans l'eau
- ✓ Nous utilisons le ballon $V = 250 ml$ pour effectuer le processus de filtration.
- ✓ Après le processus de filtration, nous remplissons la fiole de volumétrie d'eau jusqu'à ce qu'il atteigne la ligne George. comme indiqué dans la figure suivante.



Figure : Filtration de la saumure

❖ Les étapes de l'expérience :

- ✓ Nous mesurons un volume de $V = 20 ml$ d'eau
- ✓ Nous mesurons un volume de $V = 5 ml$ de la solution saline résultante
- ✓ Ensuite, nous mettons le volume d'eau et de saumure précédemment mesuré dans une fiole conique de $V = 250 ml$.
- ✓ Ajouter le : **DPC** (Diphénylcarbazine).
- ✓ Quantité de vert de promo crésol
- ✓ l'acide nitrique (HNO_3) d'une concentration $C = 0,1 N$

Nous commençons le titrage en utilisant le nitrate de mercure ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$) avec une concentration de $C = 0,2 \text{ M}$ présent dans la burette à la solution dans la fiole conique avec un mélangeur la solution en continu pendant le titrage et au point d'équivalence, la couleur bleue se forme, ce qui indique la fin du processus de titrage.

Résultat et calculs

❖ On note la valeur titrée :

- ✓ $V_{eq} = 16,2 \text{ ml}$
- ✓ $C_{\text{Hg}(\text{NO}_3)_2} = 0,2 \text{ M}$
- ✓ $M_{\text{NaCl}} = 58,5 \text{ gp mol}$
- ✓ $V_{\text{échantillon}} = 2 \text{ ml}$

$$\text{NaCl } \% = (V_{eq} * C_{\text{Hg}(\text{NO}_3)_2} * M_{\text{NaCl}}) / V_{\text{échantillon}}$$

3- Calcium (Ca) % :

Les étapes de l'expérience :

- ✓ Nous mesurons un volume de $V = 20 \text{ ml}$ d'eau
- ✓ Nous mesurons un volume de $V = 5 \text{ ml}$ de la solution saline résultante
- ✓ Ensuite, nous mettons le volume d'eau et de saumure précédemment mesuré dans une fiole conique de $V = 250 \text{ ml}$.
- ✓ Ajouter Une cuillère à café de **BIR** (indicateur de Patton et reeder) , goutte de hydroxyde de sodium (NaOH) de concentration $C = 1 \text{ N}$.

Nous commençons le titrage en utilisant le (**EDTA**) (**éthylène diamine tétra acétique**) avec une concentration de $C = 0,01 \text{ M}$ présent dans la burette à la solution dans la fiole conique avec un mélangeur la solution en continu pendant le titrage et au point d'équivalence, la couleur bleue se forme, ce qui indique la fin du processus de titrage.

Résultat et calculs :

- ✓ $V_{eq} = 4,2 \text{ ml}$
- ✓ $C_{\text{EDTA}} = 0,01 \text{ M}$
- ✓ $M_{\text{Ca}} = 40 \text{ gp mol}$
- ✓ $V_{\text{échantillon}} = 20 \text{ ml}$

❖ On note la valeur titrée

$$Ca \% = (V_{eq} * C_{(EDTA)} * M_{Ca}) / V_{\text{échantillon}}$$

4- Magnésium (Mg) % :

Les étapes de l'expérience :

- ✓ Nous mesurons un volume de **V = 20 ml** d'eau
- ✓ Nous mesurons un volume de **V= 5 ml** de la solution saline résultante
- ✓ Ensuite, nous mettons le volume d'eau et de saumure précédemment mesuré dans une fiole conique de **V= 250 ml**.
- ✓ Ajouter un **V=1 ml** de acide chlore hydrique (**HCL**) de concentration **C= 1 N**
- ✓ Ajouter un **V= 20ml** tampon d'ammoniaque.
- ✓ Goutte d'EBT (Noir ériochrome T).

Nous commençons le titrage en utilisant le **(EDTA) (éthylène diamine tétra acétique)** avec une concentration de **C = 0,01 M** présent dans la burette à la solution dans la fiole conique avec un mélanger la solution en continu pendant le titrage et au point d'équivalence, l couleur bleu se forme, ce qui indique la fin du processus de titrage.

Résultat et calculs :

$$V_{eq (Mg)} = V_{eq} - V_{Ca}$$

$$V_{eq (Mg)} = 8,3 - 4,2 = 4,1 ml$$

$$✓ V_{eq (Mg)} = 4,1 ml$$

$$✓ C_{EDTA} = 0,01 M$$

$$✓ M_{Mg} = 24 gp mol$$

$$✓ V_{\text{échantillon}} = 20 ml$$

❖ On note la valeur titrée :

$$Mg \% = (V_{eq} (Mg) * C_{(EDTA)} * M_{Mg}) / V_{\text{échantillon}}$$

5- sulfate (SO₄) % :

❖ On note la valeur titrée :

$$SO_4 \% = Ca \% * 2,39 + Mg \% * 1,33$$

Le résultat :

NaCl	94,77 %	Min
Humidité	3,89 %	Max
Ca	0,08%	Max
Mg	0,05%	Max
SO ₄	0,25%	Max
Matières insolubles	0,56 %	Max

Résumé

Le présent travail est consacré au suivi du procédé de fabrication de l'hypochlorite de sodium et à la vérification de la conformité de ce produit au sein de l'entreprise SARL SASKO INDUSTRIE. On a s'intéresse au matériel et méthodes utilisés pour effectuer les analyses nécessaires à la vérification de la conformité du produit fabriqué par l'entreprise, et présente les résultats obtenus qui montrent la conformité du produit.

Mots Clés : Sel, Hypochlorite de sodium, Electrolyte, Caractérisations

This work is devoted to monitoring the sodium hypochlorite manufacturing process and verifying the conformity of this product within SARL SASKO INDUSTRIE. We are interested in the equipment and methods used to perform the analyzes necessary to verify the conformity of the product manufactured by the company, and present the results obtained which show the conformity of the product.

Keywords: Salt, Sodium hypochlorite, Electrolyte, Characterizations