

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique

Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira -
Institut de Technologie



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة أكلي محمد أولحاج
- البويرة -
معهد التكنولوجيا

Département Technologie Chimique Industrielle

Rapport de soutenance

En vue de l'obtention du diplôme

de Licence Professionnalisant en :

Génie de la Formulation

Thème :

**Substitution du Tri –Poly Phosphate de Sodium
(STPP) par les Zéolites**

Réalisé par :

OUCHENE Ali

Encadré par :

Mr. BELKACEMI Samir

Maitre-Assistant A

Tuteur de l'entreprise :

Mr.NAILI DOUAOUDA Rabah

Complexe E.NA.D

Année Universitaire : 2018/2019

Introduction

On entend régulièrement parler des problèmes liés au carbone. De même, l'impact écologique de l'azote est souvent étudié. En revanche, le phosphate (dérivé du phosphore) fait beaucoup moins parler de lui. Pourtant, bien que nocif quand il est relâché dans l'environnement, il est indispensable à la vie puisqu'il relie chacune des bases azotées de l'ADN entre elles. En outre, il est très utilisé en agriculture (1).

Ces composés utilisés dans les formules des détergents en poudre sont des engrais naturels qui favorisent la prolifération des plantes, et surtout des algues, qui perturbent l'équilibre biologique de leur environnement (2).

Beaucoup d'innovations ont été réalisées dans la seconde moitié du XX^e siècle pour trouver d'autres alternatifs qui ont la même efficacité mais qui sont moins dangereux.

Cependant, si les fabricants de détergents et les fournisseurs de matières premières veulent assurer leur pérennité, de nouvelles molécules devront être développées afin de répondre aux besoins des consommateurs et de respecter davantage l'environnement (3).

Les zéolites sont des minéraux aluminosilicates hydratés d'une structure poreuse ayant des propriétés physico-chimiques, tel échange de cations, tamisage moléculaire, catalyse.... Etc. La zéolite est utilisée dans de nombreuses applications environnementales tels que le traitement des eaux et dans les formules des détergents pour but d'élimination d'ammonium et les métaux lourds. Elles remplacent efficacement les poly phosphates contenus dans les lessives pour leur rôle anticalcaire, En outre elles ne présentent aucun inconvénient d'être néfastes pour l'environnement (4).

L'objectif de notre travail, est de vérifier l'efficacité de la zéolite comme alternative au composé STPP dans l'absorption des métaux lourds.

Le premier chapitre donne une vue générale sur la composition des détergents, la structure du STPP, des zéolites et le mécanisme de fonctionnement de chacun.

Le deuxième chapitre explique les méthodes de préparation des formules et le mode opératoire de contrôle physico-chimique des propriétés à déterminer.

Le troisième chapitre interprète les résultats obtenus des propriétés mentionnés dans le chapitre précédents.

CHAPITRE I : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 Présentation de l'entreprise

1.1.1 Historique du complexe

Deux entreprises Italiennes se sont succédées pour la réalisation du complexe, le cout de réalisation est estime à 604 millions de DZD dont 150 Millions de devise.

L'exploitation du complexe est approximativement 40% de capacités installées pour un effectif moyen de 750 personnes.

Le complexe a réalisé plusieurs opérations d'exportation de poudres détergentes vers différents pays.

L'E.N.A.D a investi 70 millions de DZD pour la réalisation d'une station de traitement des rejets gènes par les différentes unités de productions d'une capacité de 600 m³ /jour, sa mise en exploitation date de Mai 1996.



Figure 1-1: Vue du ciel d'une partie du complexe

La gestion du complexe s'est faite après restructuration de la SNIC par l'E.N.A.D en 1982 puis par ENAD/SIDET après la filialisation de 1997.

1.1.2 Fiche technique du complexe

Le complexe détergents de sour el ghozlane est implanté en bordure nord du chemin de wilaya n°127, reliant les deux villes Bouira et sour el ghozlane, situé à 8 Km de la ville de sour el ghozlane, reposant sur un terrain servant d'assiette d'une superficie totale de 20 ha dont 06 ha couverte, le reste est aménagé.

Son implantation s'inscrit dans le cadre de développement du secteur des industries chimiques à l'échelle régionale, dont l'objectif fondamentale est d'assurer une production annuelle de 86.000 tonnes, permettant ainsi la satisfaction du marché locale, et par conséquent éviter à court et moyen terme l'importation des détergents et en outre résoudre le problème d'emploi, par la création de nouveaux postes.



Figure 1-2: Gamme des produits de l'E.N.A.D

1.1.2.1 La capacité de production

Les capacités installées sont de 86.000 tonnes/an, répartis comme suit :

- | | |
|---|--------------------|
| ▪ Détergents poudres moussantes et non moussantes | : 60.000 tonne/ans |
| ▪ Détergents liquides linge et vaisselle | : 12.000 tonne/ans |
| ▪ Poudre récurrentes | : 06.000 tonne/ans |
| ▪ Semi Produits | : 08.000 tonne/ans |

En matière d'exportation, le complexe a exporté plus de 40.000 tonne pour divers pays tels : Libye, Russie, Maroc, Pays de l'ancienne Yougoslavie, Cuba et particulièrement l'Irak, dont la plus grande quantité a été destinée pour un montant de 24 millions de dollars.

1.1.2.2 Superficie

- Surface totale : **20 Hectare**
- Surface aménagée : **13.5 Hectare**
- Surface couverte : **05 Hectare**
- Station de traitement des eaux : **3450.75 m²**

1.1.2.3 Les unités du complexe

- Unité 100 : Fabrication de la matière active.
- Unité 200 : Séchage sulfates LabBSNa et alpha oléfine.
- Unité 300 : Fabrication et conditionnement de détergent liquide.
- Unité 400 : Fabrication et conditionnement de détergent poudre.
- Unité 500 : Fabrication et conditionnement de récurrents.
- Unité 600 : Fabrication des emballages en carton.
- Unité 700 : Stockage et fusion soufre.
- Unité 800 : Stockage et dissolution silicate.
- Unité 900 : Transport pneumatique matière première solides.

1.1.1.1 Bâtiments et infrastructures

- Unité 2100 : Laboratoire.
- Unité 2200 : Atelier d'entretien et garage.
- Unité 2300 : Postes de garde et pesage.
- Unité 2400 : Cantine.
- Unité 2500 : Magasin pièces de rechange.
- Unité 2600 : Bloc technico-administratif
- Unité 2700 : Poste de sécurité
- Unité station de traitement des eaux

1.2 Les détergents

1.2.1 Historique

Le souci de propreté et d'hygiène remonte fort loin puisque les babyloniens utilisaient des extraits de cœur de roseau en guise de savon et que les Egyptiens connaissaient déjà les propriétés nettoyantes de carbonates qu'ils allaient recueillir dans des lacs à demi asséchés. Cependant, durant le siècle dernier, la propreté est devenue une exigence de toute société civilisée, et de ce fait des produits de lavage se sont développés avec de haute qualité. Ils doivent présenter diverses propriétés spécifiques telles que le pouvoir mouillant, le pouvoir dispersant, le pouvoir émulsionnant, etc. Les savons ont été durant des siècles les seuls détergents connus et ce n'est qu'en 1907 que la première poudre à laver contenant un agent de blanchiment minéral est apparue, (le perborate de sodium), elle a été commercialisée sous le nom de Persil. Il faut attendre les années postérieures à 1950 pour voir se développer les détergents de synthèse. Ce phénomène correspond d'ailleurs dans le cas des détergents pour textiles à une évolution simultanée de la nature des produits lavés (car le coton est supplanté par les textiles synthétiques) et des méthodes de lavage (machines à laver). Aux nouvelles techniques domestiques et aux nouveaux tissus et matériaux, ont répondu de nouveaux produits de propreté qui doivent à la fois jouer leur rôle de détergents mais aussi assurer une parfaite sécurité pour l'utilisateur et pour son environnement (5).

1.2.2 Définition

Les savons sont issus de la synthèse de produits pétrochimiques ou naturels. Ces produits sont composés d'une chaîne ou d'une partie hydrophobe (qui aime l'huile), à laquelle on ajoute une partie hydrophile (qui aime l'eau). Cette structure hydrophobe-hydrophile [nommé tensioactif] permet au détergent d'enlever les salissures graisseuses, les poussières, la sueur et les autres saletés (6). Les tensioactifs à la base de la formulation des détergents liquides sont disponibles dans une grande variété de forme selon leur utilisation (7). De ce fait la détergence a pour effet le nettoyage des surfaces, et pour ceci elle fait intervenir plusieurs phénomènes physico-chimiques (5).

1.2.3 Mécanismes d'élimination des salissures

Les salissures liquides solubles dans l'eau sont nettoyées par simple solubilisation dans la solution de nettoyage.

Les salissures insolubles, comme les huiles et graisses, sont enlevées par différents mécanismes qui nécessitent la présence d'agents dans la solution de nettoyage (8).

L'enlèvement des salissures grasses fixées sur le tissu fait intervenir plusieurs mécanismes dont le plus important est le rolling-up. En s'adsorbant sur la fibre et la salissure, les tensioactifs diminuent les tensions interfaciales entre le liquide lessiviel et la salissure. L'étalement de la salissure sur le tissu, caractérisé par « l'angle de contact » θ diminue. Ce phénomène physico-chimique renforcé par l'agitation mécanique du lave-linge provoque le décollement de la salissure qui est ensuite maintenue dans le bain lessiviel par solubilisation au sein des micelles de tensioactifs ou par émulsification.

Enfin, des agents d'anti re-déposition, tels que la carboxyméthylcellulose de sodium, vont compléter le rôle des tensioactifs en modifiant d'une part la charge électrique des particules en suspension par adsorption à l'interface solide-liquide, et d'autre part (9).

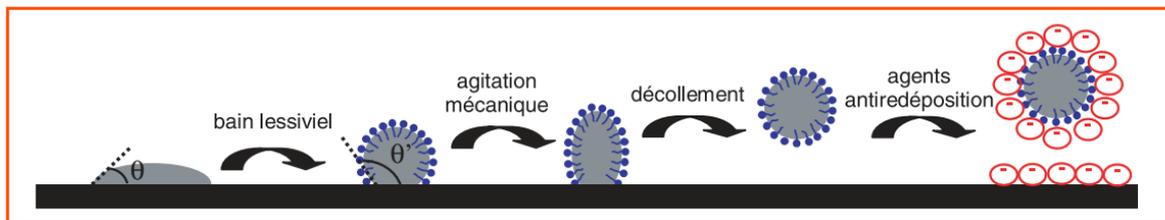


Figure 1-3 Enlèvement des salissures grasses par rolling up

1.2.4 Classes des détergents

1.2.4.1 Les détergents poudres

Les lessives poudre représentent aujourd'hui environ 50% de la production mondiale des lessives. Bien que leur fonction principale soit de nettoyer le linge. Le consommateur attend bien d'autres qualités de sa poudre à laver dont l'efficacité se concrétise par la souplesse de linge, la vivacité des couleurs (10).

1.2.4.2 Les détergents liquides

Ils sont des produits de large consommation à l'échelle commerciale, l'âge de détergents liquides a commencé vers la fin des années quarante avec l'introduction du premier produit sur le marché. Le produit liquide permet un traitement local du tissu taché, ce qui est difficile, avec un détergent en poudre qui nécessite une opération de transformation en pâte avec de l'eau (11).

1.3 Formulation des détergents

1.3.1 Définition

La formulation des détergents peut être définie comme l'ensemble des connaissances et des opérations mises en œuvre lors du mélange, de l'association ou de la mise en forme d'ingrédients d'origine naturelle ou synthétique, souvent incompatibles entre eux, de façon à obtenir un produit commercial caractérisé par sa fonction d'usage (détergence) et son aptitude à satisfaire un cahier des charges préétabli (12).

1.3.2 Compositions

Les détergents peuvent être considérés comme le mélange de deux sortes de produits ; les tensio-actifs et les adjuvants.

1.3.2.1 Adjuvants

Ce sont des produits ajoutés dont leur rôle est de parfaire et de compléter l'action des tensio-actifs ou bien d'avoir une autre action que ne peuvent effectuer les tensio-actifs, on distingue plusieurs types d'adjuvants (10).

Les adjuvants jouent un rôle central dans le processus de lavage, leur fonction est de renforcer l'action des détergents et d'éliminer les ions de calcium et magnésium. Ils ont les critères suivants :

- Elimination des alcalino-terreux.
- Dispersion de la saleté dans la solution détergente.
- Propriété anti- corrosion.
- Influence favorable sur les caractéristiques de la mousse (13).
- Cette catégorie des adjuvants comporte plusieurs matières qui sont :

a) Silicates alcalins

Les silicates dits alcalins regroupant le méta silicates et les silicates liquides et solides, ils sont essentiellement utilisés en détergence. Ils sont caractérisés par une alcalinité élevée. Ce sont aussi d'excellents inhibiteurs de corrosion des métaux ferreux et de certains alliages d'où leur emploi aussi bien en détergence domestique (protection des machines à laver) que pour le dégraissage (10).

b) Tri poly-phosphate de sodium

Le STPP de formule générale $\text{NaP}_3\text{O}_{10}$ est produit à partir de l'acide ortho phosphorique et du carbonate de sodium. Sa fonction principale est de séquestrer les ions de calcium et de magnésium de l'eau dure pour éviter la précipitation du savon. Il possède aussi des propriétés dispersantes qui lui permettent d'améliorer l'effet détergent des tensioactifs.

c) Carbonate de Sodium

Le carbonate de sodium est destiné aux détergents en poudre, son rôle est essentiellement d'augmenter leur alcalinité et leur pouvoir saponifiant des corps gras contenus dans les salissures ainsi, ils favorisent la solubilisation de ces corps.

d) Agents de blanchiment

Le duo perborate/ TAED a encore de beaux jours devant lui comme système de blanchiment des poudres à laver le linge (10).

e) Parfums

La coexistence dans une lessive des molécules de parfum avec des enzymes et des agents oxydants constitue un défi pour la formulation et le parfumeur. Les recherches actuelles concernent la sélection et la combinaison de molécules parfumées immarcescibles, la préservation de parfums complexes par micro encapsulation et la protection des fonctions chimiques sensibles.

f) Enzymes

Ce sont des substances qui peuvent réagir sur des saletés bien spécifiques comme les protéines, les graisses, les huiles ; par exemple les protéases pour les protéines, les amylases pour l'amidon et les lipases pour les graisses.

g) Azurants optiques

Ce sont des substances qui transforment la lumière ultraviolette à courte longueur d'ondes en lumière de plus grande longueur d'onde. Ils donnent une luminosité et éclat supplémentaire au linge.

h) Colorants

Ils rentrent dans la composition du détergents a fin d'uniformiser sa couleur. Les colorants ne doivent pas affecter les fibres du textile et doivent avoir une bonne stabilité au stockage avec les autres composés du détergent et vis-à-vis de la lumière.

i) Régulateurs de mousse

Le phénomène de moussage présente un inconvénient dans le cas de l'utilisation des machines à laver. Pour régler ce problème, on ajoute de petites quantités de produits régulateurs de mousse tels que les savons et les silicones.

j) Solubilisants et protecteurs dermiques

Ces adjuvants sont très importants dans les détergents liquides, on emploie essentiellement la glycérine qui possède deux (2) propriétés, un agent solubilisant et au même temps un protecteur dermique.

k) Hydro-tropes

Ces agents sont utilisés dans les liquides pour améliorer la viscosité telle que le NaCl, (13).

1.3.2.2 Tensioactifs**Définition**

Les tensioactifs sont des molécules d'origine naturelle ou synthétique possédant d'une part une chaîne à caractère lipophile (ou queue hydrophobe) et d'autre part un groupement à caractère hydrophile (aussi appelé tête polaire) Ces composés sont dits amphiphiles (14).

1.3.2.3 Classification

Il existe différentes classifications possibles des tensioactifs. Ils peuvent être classés en fonction :

- de la nature de leur tête polaire (non ionique, anionique, cationique ou amphotère)
- de la longueur de la partie lipophile qui permet de classer les tensioactifs en agents mouillants (C8-C10), détergents (C12-C16), émulsionnants ou adoucissants (C18-C22)
- de leur origine, naturelle ou synthétique (15).

a- Tensioactifs non ioniques

Ces agents de surface ne donnent aucun ion en solution aqueuse (16). Leur caractère hydrophile provient de la présence, dans leur molécules, de groupement polaire de type éther, alcool, carbonyle ou même amine (17).

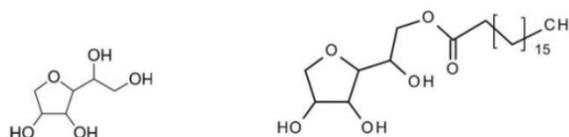


Figure 1-4 Formule semi développé de Sorbitane (18)

b- Tensioactifs anioniques

Ces composés possèdent un ou plusieurs groupes fonctionnels s'ionisant en phase aqueuse pour donner des ions chargés négativement (19).

c- Tensioactifs cationiques

Ils se dissocient en solution aqueuse en un cation organique, et un anion généralement de type halogénure (20).

d- Tensioactifs amphotères

Les surfactants dits amphotères possèdent deux groupes fonctionnels, l'un anionique, l'autre cationique. Dans la plupart des cas, c'est le pH qui détermine le caractère dominant du fait qu'il favorise l'une ou l'autre des dissociations possibles : anionique à pH alcalin, cationique à pH acide (20).

1.3.3 Exemple simplifié de formules de poudre à laver le linge

Tableau 1-1 Exemple simplifié de formules de poudre

Ingrédients	Structures chimiques	Rôles	%
Matières actives			
LAS		<ul style="list-style-type: none"> • Abaissent la tension interfaciale et facilitent le "mouillage" du linge 	10-20
Tensioactifs		<ul style="list-style-type: none"> • Décrochent les salissures et les maintiennent en suspension dans le bain lessiviel 	2-5
FAE	$C_nH_{2n+1}(OCH_2CH_2)_7OH$ $n = 12-15$		5-12
Perborate de sodium		<ul style="list-style-type: none"> • Décolore, par oxydation, les taches colorées 	12-18
TAED (tétraacétyl-éthylènediamine)		<ul style="list-style-type: none"> • Activateur du perborate de sodium 	5-8
Enzymes	Lipase, protéase, amylase, cellulase	<ul style="list-style-type: none"> • Dégradent les salissures d'origine biologiques et les fibrilles de coton 	1-2
Azurant optique		<ul style="list-style-type: none"> • Confère au linge un blanc éclatant en fluoresçant dans le bleu 	0-1
Auxiliaires de formulation			
Savon	$C_nH_{2n+1}COONa$ $n = 16-22$		0-1
Silice hydrophobée	Silicones adsorbées sur silice	<ul style="list-style-type: none"> • Antimousses 	0-1
Zéolithe	$Na_{12}(AlO_2)_{12}(SiO_2)_{12} \cdot 27H_2O$	<ul style="list-style-type: none"> • Anticalcaire 	15-20
Copolymère maléique et acrylique		<ul style="list-style-type: none"> • Renforce l'action des anticalcaires 	4-6
Disilicate de sodium	$Na_2Si_2O_5$	<ul style="list-style-type: none"> • Alcalinisant, anticalcaire, inhibiteur de corrosion 	4-8
Carbonate de sodium	Na_2CO_3	<ul style="list-style-type: none"> • Alcalinisant (anticalcaire) 	12-16
Carboxyméthylcellulose de sodium		<ul style="list-style-type: none"> • Empêche la redéposition sur le linge des salissures du bain lessiviel 	0-1
Parfum	Mélange complexe de molécules organiques volatiles	<ul style="list-style-type: none"> • Confère au linge une odeur agréable après lavage 	0-1
Eau et sulfate de sodium	Na_2SO_4	<ul style="list-style-type: none"> • Charges assurant la cohésion des granulés 	Qsp 100

1.4.3 L'évaluation des risques environnementaux

Les phosphates ont beaucoup d'effets sur les organismes. Ces effets sont principalement les conséquences des émissions de grandes quantités de phosphates dans l'environnement par l'exploitation minière et la culture des champs. Lors du traitement de l'eau, les phosphates ne sont en général pas éliminés convenablement, ils peuvent donc se répandre sur de longue distance lorsqu'ils se trouvent dans les eaux de surface.

Du fait du rejet constant de phosphates dans l'environnement par l'homme et donc des concentrations excessives de phosphore dans la nature, le cycle du phosphore est fortement perturbé.



Figure 1-6 Risques du STPP sur l'environnement

L'augmentation des concentrations de phosphore dans les eaux de surface augmente la croissance des organismes dépendant du phosphate, comme par exemple les algues et les lentilles d'eau. Ces organismes utilisent de grandes quantités d'oxygène et empêchent la lumière de pénétrer dans l'eau. L'eau devient donc plutôt invivable pour les autres organismes. Ce phénomène est appelé **eutrophisation** (22).

1.5 La substitution du STPP par les zéolites

1.5.1 Définition

Les zéolites sont des solides cristallins tridimensionnels, microporeux, dotés de structures bien définies contenant de l'aluminium, du silicium et de l'oxygène dans leur cadre normal; les cations et l'eau sont situés dans les pores. Les atomes de silicium et d'aluminium sont coordonnés de manière tétraédrique par le biais d'atomes d'oxygène partagés. Les zéolithes sont des minéraux naturels extraits dans de nombreuses régions du monde.

La plupart des zéolithes utilisées dans le commerce sont produites synthétiquement. Les zéolithes ont un espace vide (cavités ou canaux) pouvant accueillir des cations, de l'eau ou d'autres molécules. En raison de leur structure régulière (23).

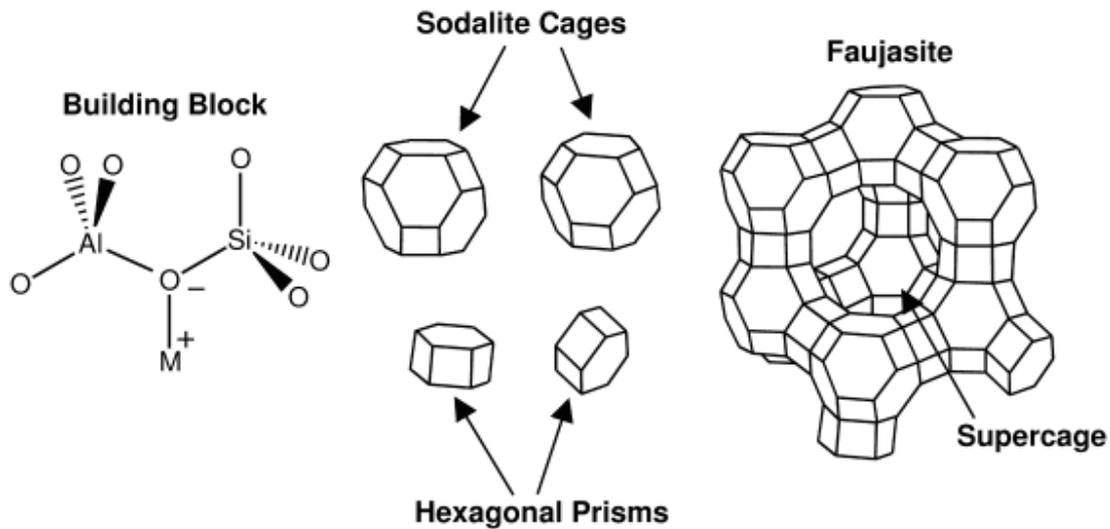


Figure 1-7 Structure des zéolithes

1.5.2 Structure chimique

Elles résultent de l'assemblage de tétraèdres SiO_4 - et AlO_4 - liés entre eux par un atome d'oxygène commun. Cet arrangement tridimensionnel forme une structure parfaitement définie constituée de cages, de cavités et de canaux présentant une distribution en taille de pore très étroite. La famille des zéolithes s'est étendue depuis les années 80 avec l'apparition des aluminophosphates microporeux (AIPO) développés par Union Carbide Corporation et d'autres matériaux dérivés obtenus par incorporation de différents atomes, tels que du silicium (24).

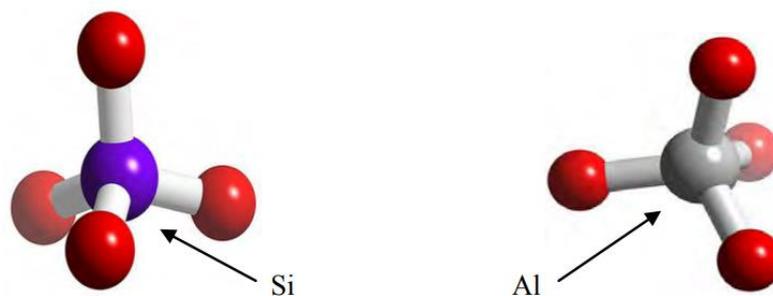


Figure 1-8 Représentation schématique des unités de construction primaires des zéolithes

1.5.3 Mécanisme de fonctionnement

La zéolite est un minéral entièrement naturel qui éliminera complètement les métaux lourds de votre textile.

La zéolite est un minéral volcanique qui a été créé lorsque les cendres et la lave d'un volcan ont une réaction chimique avec l'eau de mer. Le résultat est un composé avec une structure en forme de cage avec une charge négative. La charge négative agit comme un aimant pour attirer les métaux lourds chargés positivement vers la zéolite. Celles-ci sont ensuite piégées dans la structure de sa cage et emportées hors du corps avec l'eau (25).

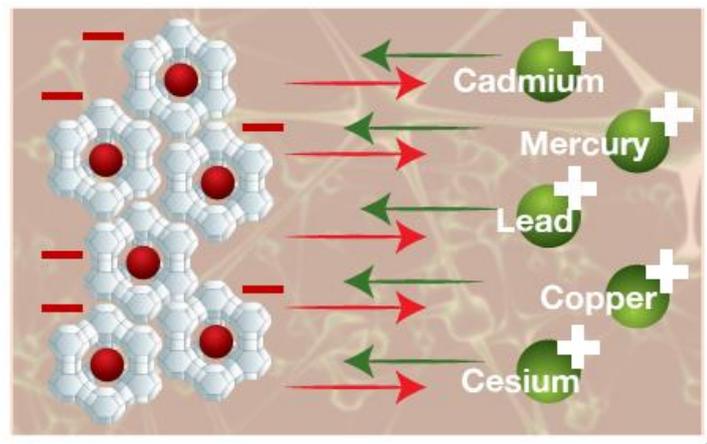


Figure 1-9 Mécanisme de fonctionnement des zéolites

1.5.4 Les applications des zéolites

Les applications des zéolithes dans l'industrie sont nombreuses et variées selon leurs caractères. Parmi celles-ci, on cite les plus usuelles :

- Leur caractère hydrophile est employé dans le séchage des gaz.
- L'effet de tamis moléculaire est employé dans des procédés de séparation.
- La possibilité d'échanger le cation compensateur permet l'utilisation des zéolithes dans des procédés d'échange ionique tel que l'adoucissement de l'eau.
- Leurs propriétés d'adsorption sont employées dans des procédés de purification dans l'industrie pharmaceutique ou encore dans la protection de l'environnement par l'adsorption des composés organiques volatiles dans les effluents gazeux, les métaux lourds ou les polluants organiques. - Dans l'industrie pétrochimique, elles sont notamment utilisées pour capter des composés organiques volatiles (COV) dans des fumées (24).

1.5.5 Les zéolites en tant que des échangeurs d'ions

Les deux principales utilisations demeurent l'adoucissement de l'eau ainsi que la substitution des phosphates dans l'industrie du détergent. En effet, les zéolithes ont la propriété de pouvoir échanger des ions avec un autre composé par simple réaction chimique.

Cette propriété provient tout simplement du fait que pour compenser la charpente aluminosilicique négative, des cations sont emprisonnés dans la charpente. La capacité d'échange cationique, qui est liée à la quantité d'ions retenus par gramme de zéolithe, sera proportionnelle à la quantité d'aluminium dans le réseau.

Les zéolithes sont principalement utilisées pour adoucir les eaux « dures », en effet, les cations Mg^{2+} et Ca^{2+} présents dans l'eau sont échangés avec les ions Na^+ de la zéolithe, l'eau devenant ainsi plus « douce », elles sont alors appelées « détergent » (26).

Historiquement, les échangeurs d'ions ont été utilisés lors de la seconde Guerre Mondiale afin de rendre l'eau de mer potable. (27) De manière moins réjouissante, mais tout aussi utile, les zéolithes servent aussi à décontaminer des effluents radioactifs par échange de ses cations par le strontium (Sr^{2+}) et le césium (Cs^+) (28).

Elles servent plus généralement à décontaminer des eaux usées. Par ailleurs, elles sont employées pour augmenter le pH des sucs gastriques dans l'estomac avec une réversibilité dans les intestins, ce qui leur confère une vaste possibilité d'action d'un point de vue médical. Comme il s'agit d'une réaction ionique, elle est donc tout à fait réversible, ce qui permet de régénérer totalement ces matériaux et de les réutiliser « à l'infini ». Par ces différents exemples, nous prenons conscience que ces matériaux offrent une large gamme de possibilités, ne serait-ce qu'au travers de cette « simple » propriété d'échange d'ions (29).

CHAPITRE II : MATERIEL ET METHODES

1.6 Détermination du pouvoir séquestrant

Avant de préparer des formules, on désire vérifier le pouvoir séquestrant du STPP et le comparer avec celui des zéolithes

1.6.1 Détermination du titre hydrotimétrique de l'eau de robinet

La dureté totale d'une eau est définie par la quantité d'ions calcium Ca^{+2} (dureté calcique) et magnésium Mg^{+2} (dureté magnésienne) présents dans cette eau. Elle s'exprime en °TH (degré hydrotimétrique). Les eaux courantes sont caractérisées par des degrés hydrotimétriques français échelonnés entre 0 et 50. Une forte dureté de l'eau est responsable de la détérioration de la robinetterie et rend difficile l'utilisation et le rinçage des détergents. On utilise la classification suivante :

°TH	0 à 5	5 à 15	15 à 25	25 à 35	> 35
Eau	très douce	douce	moyennement dure	dure	très dure

1.6.1.1 Principe des dosages

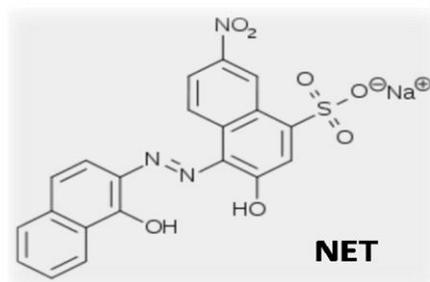
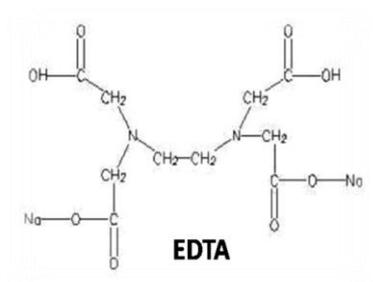
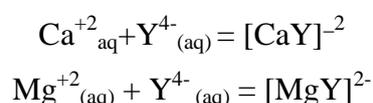


Figure 0-2 Formule semi développée de l'EDTA

Figure 0-1 Formule semi développée de NET

Pour déterminer la concentration en ions calcium et en ions magnésium dans une eau on utilise une réaction de complexation avec l'ion éthylènediaminetétraacétate EDTA un tétracide que l'on note Y^{4-} sa formule :



Le dosage s'effectue à partir du sel disodique de l'EDTA $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ en milieu tamponné à pH 10, le pH auquel on observe de bons résultats expérimentaux.

Les complexes de l'EDTA avec les ions Ca^{+2} et Mg^{+2} ne sont pas colorés. Afin de détecter l'équivalence, on complexe les ions Ca^{2+} et Mg^{+2} contenus dans l'eau minérale par le noir d'ériochrome NET, donnant des complexes colorés mais moins stables qu'avec l'EDTA. Lors de l'ajout de la solution titrante d'EDTA, le NET est progressivement libéré jusqu'à l'équivalence où il est libre en solution.

Le NET joue le rôle d'**indicateur de fin de réaction**. Il est violet en présence d'ions Ca et Mg, et bleu dans l'eau distillée.

1.6.1.2 Mode opératoire

Il est impératif d'introduire les composés dans l'ordre indiqué :

- Introduire $V_0 = 10$ mL d'eau du robinet dans un bécher
- Ajouter environ 5 mL de tampon ammoniacal pH= 10.
- Ajouter quelques gouttes de NET.
- Puis doser cette prise d'essai à l'aide de la solution d'EDTA placée dans la burette jusqu'au virage de la solution du rouge au bleu. Noter le Th_1

1.6.2 Détermination du pouvoir séquestrant du STPP

1.6.2.1 Matériel et réactifs

Réactifs	Matériels
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Eau brute ▪ EDTA ▪ Indicateur noir ériochrome ▪ Solution tampon ammoniacale pH=9 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Bécher de 300 mL ▪ Agitateur ▪ Balance de précision ▪ Entonnoir ▪ Fiole de 1000 ml et 2000 ml

1.6.2.2 Mode opératoire

- Peser environ 1g de l'échantillon à tester

- Dans un bécher de 250 ml ; dissoudre dans un peu d'eau brute
- Transférer dans une fiole de 1000ml et compléter le volume avec de l'eau brute .
- Agiter puis filtrer la solution
- Prendre 50 ml de la solution préparée, mettre-la dans un bécher
- Ajouter 10 ml de solution tampon et quelques gouttes de l'indicateur NET
- Titrer avec EDTA 0.1 M jusqu'au changement de couleur du violet au bleu, noter le Th_2

1.6.2.3 Expression des résultats :

Le calcul du pouvoir séquestrant se fait par cette équation :

$$PS = Th_1 - Th_2$$

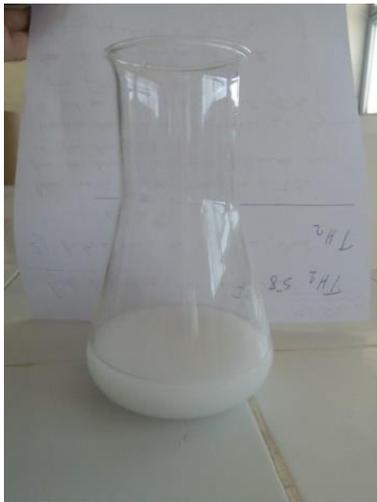


Figure 0-5 Eau brute



Figure 0-4 Solution avant le dosage

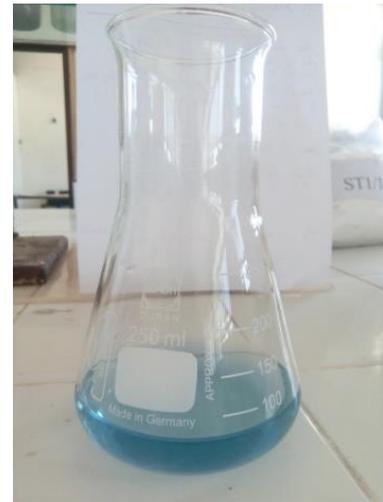


Figure 0-3 Solution en fin de dosage

1.6.3 Détermination du pouvoir séquestrant des zéolites

1.6.3.1 Mode opératoire

- Peser 1 g des zéolites
- Procéder le même mode opératoire précédent
- Noter Th_3

1.6.3.2 Expression des résultats

Le calcul du pouvoir séquestrant se fait par cette équation :

$$PS = Th_1 - Th_3$$

1.7 Préparation des formules

1.7.1 Les matières premières utilisées



Figure 0-7 Na₂SO₄



Figure 0-6 Na₂CO₃



Figure 0-8 Liquide soduim silicate



Figure 0-9 Azurant optique



Figure 0-10 STPP

1.7.2 Les pourcentages des constituants des formules

Tableau 0-1 Distribution centésimale des ingrédients des formules préparées

Ingrédients	F1	F2	F3
MA	15 %	15 %	15 %
STPP	18%	9%	0%
Zéolites	0%	9%	18%
Na ₂ CO ₃	8%	8%	8%
Na ₂ SiO ₃	10%	10%	10%
Na ₂ SO ₄	41%	41%	41%
Azurant optique	0.15%	0.15%	0.15%

1.7.3 Détermination de la quantité de MA

Concentration = 53%

$$m = \left(\frac{15 \times 200}{100} \right) / \left(\frac{53}{100} \right) = 56.6 \text{ g}$$

Cette quantité sera portée dans **26.6 g** de l'eau

1.7.4 Détermination de la quantité de Na₂SiO₃:

Concentration = 45%

$$m = \left(\frac{10 \times 200}{100} \right) / \left(\frac{45}{100} \right) = 44.44 \text{ g}$$

Cette quantité sera portée dans **24.44 g** de l'eau

1.7.5 Détermination de la quantité de l'eau

Pour déterminer la quantité d'eau suffisante à ajouter dans la formule, il faut suivre cette équation :

$$Eau = \sum \text{poids solides} \times \frac{35(\text{sec})}{65(\text{eau})} - (\text{quantité de l'eau apporté par la MA et Na}_2\text{SiO}_3)$$

La somme des solides comprend les poids de: MA à 100% + le Silicate à 100% + le STPP + le Carbonate + le Sulfate et les azurants optiques.

$$\sum \text{poids solides} = 30 + 20 + 36 + 16 + 82 + 0.3 = 186.3 \text{ g}$$

La quantité de l'eau apportée par la matière active :

$$56.60 - 30 = 26.6 \text{ g}$$

La quantité de l'eau apportée par le Silicate:

$$44.44 - 20 = 24.44 \text{ g}$$

La quantité de l'eau à ajouter dans la formule

$$Eau = 186.3 \times \left(\frac{35}{65}\right) - 51.04 = 49.28$$

$$Eau = 49.28 \text{ g}$$

Tableau 0-2 Quantités en gramme des constituants

Ingrédients	F1	F2	F3
MA	56.6	56.6	56.6
STPP	36	18	0
Zéolites	0	18	36
Na ₂ CO ₃	16	16	16
Na ₂ SiO ₃	44.44	44.44	44.44
Na ₂ SO ₄	82	82	82
Azurant optique	0.3	0.3	0.3

Pour préparer les autres formules, on utilise les mêmes quantités des ingrédients sauf celles du STPP qui sera réduite et substitué par les zéolites selon le tableau suivant :

Tableau 0-3 Quantité de STTP et les Zéolites entrant dans les formules

	STPP	Zeolites
F1	36	0
F2	18	18
F3	0	36

1.7.6 Mode opératoire

1.7.6.1 Préparation du slury

- Introduire dans un bécher en téflon d'un litre la quantité d'eau nécessaire et chauffer vers une température comprise entre 50 et 70° avec une plaque chauffante.
- Compléter avec les autres matières, tout en agitant pendant une heure jusqu'à l'homogénéisation parfaite du slurry selon l'ordre d'ajout suivant :

- Tarer puis peser la quantité des silicates,
- Tarer puis peser la quantité de la MA
- Peser les solides et mettre-les dans un autre bécher
- Agiter les liquides à l'aide d'un agitateur magnétique et ajouter les quantités des solides petit à petit pour permettre leurs dissolutions complètes.

1.7.6.2 Séchage de slurry

- Le slurry obtenu est sous forme d'une pâte consistante, elle doit être séchée dans une étuve vers une température de 100 à 105°C
- Après le séchage, on procède au broyage et tamisage de la poudre.

1.8 Contrôle physico-chimique des formules

Dans cette partie, nous voulons vérifier si les caractéristiques physico-chimiques des formules préparées sont conformes.

1.8.1 Détermination de la densité d'un détergent poudre

1.8.1.1 Matériel et réactifs

- Densimètre.
- Détergents poudre.
- Balance de précision.
- Bécher de 1 litre.

1.8.1.2 Mode opératoire

- Mettre le bécher sur la balance et ajuster à 0 (tare).
- Remplir le bécher avec de la poudre à l'aide d'un densimètre.
- Peser le bécher rempli et faire les calculs nécessaires.

1.8.1.3 Expression des résultats

On calcule la densité d'un produit solide en utilisant la formule $d = \rho = \frac{m}{V}$ telle que :

- m : la masse de la pesée en g
- V : Le volume en l

1.8.2 Détermination de l'alcalinité

1.8.2.1 Matériel et réactifs

Réactifs	Matériels
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Eau distillée ▪ Méthyle orange ▪ HCl à 2N 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Bécher de 300 mL ▪ Fiole de 250 mL ▪ Agitateur

1.8.2.2 Mode opératoire

- Peser 2g de poudre détergente dans un bécher de 300 ml et dissoudre dans 250 ml d'eau distillée.
- Ajouter quelques gouttes de méthyle orange
- Ajuster la burette à 0, et titrer avec la solution de HCl jusqu'à la variation de la couleur de l'orange au rose persistant.

1.8.2.3 Expression des résultats :

$$Na_2O = \frac{V \times F \times 6.2}{P}$$

1.8.3 Détermination de pouvoir moussant

1.8.3.1 Matériels et réactifs

- Ampoule à décanter de 250 ml
- Colonne à double paroi et 1.2 m de longueur et 5 cm de diamètre, gradué en mm à l'extérieur par papier logarithmique
- Support constitué d'une tige verticale suffisamment longue pour permettre la fixation de la colonne
- Fiole de 1000 ml
- Entonnoir
- Thermomètre
- Balance de précision

1.8.3.2 Mode opératoire

- Peser 5g de l'échantillon et dissoudre la dans 1000 ml d'eau brute chauffée préalablement à 25°C
- Mélanger en douceur pour éviter la formation de mousse
- Introduire 250 ml de la solution dans l'ampoule à décanter
- Verser la même quantité de la solution sur les parois de la colonne pour éviter la formation de mousse
- Verser verticalement le contenu de l'ampoule à décanter et laisser la mousse se développer

Exprimer les résultats en *cm* de mousse après 30, 60 et 180 s

1.9 Détermination de pouvoir séquestrant des formules

1.9.1 Matériel et réactifs

Réactifs	Matériels
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Eau brute ▪ EDTA ▪ Indicateur noir ériochrome ▪ Solution tampon ammoniacale pH=9 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Bécher de 300 mL ▪ Agitateur ▪ Balance de précision ▪ Entonnoir ▪ Fiole de 1000 ml et 2000 ml

1.9.2 Mode opératoire

- Peser 1 g de l'échantillon dans un bécher de 300 ml, dissoudre dans l'eau brute
- Transvaser la solution dans une fiole de 1000 ml et compléter avec de l'eau brute jusqu'à l'obtention d'une solution claire
- Prendre 50 ml de la solution préparée, mettre-la dans un bécher
- Ajouter 10 ml de solution tampon et quelques gouttes de l'indicateur NET
- Titrer avec EDTA 0.1 M jusqu'au changement de couleur, noter le Th_2 .

1.9.3 Expression des résultats

Le calcul du pouvoir séquestrant se fait par cette équation :

$$PS = Th_1 - Th_2$$

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

1.10 La détermination du pouvoir séquestrant

Les analyses indiquées dans le chapitre précédent donnent les résultats suivants :

Tableau 0-1 Composition chimique expérimentale des formules préparées

Ingrédients	Th ₁ (eau brute)	Th ₂ (STPP)	Th ₃ (Zéolites)
Th	58	31	40
Pouvoir séquestrant	/	27	18

Les zéolites ont un pouvoir séquestrant très important, mais il apparaît que ce des STTP est plus élevé

1.11 L'analyse des paramètres physico-chimiques

Les analyses des paramètres physico-chimiques indiquées dans le chapitre précédent donnent les résultats suivants :

Tableau 0-2 Résultats des analyses physico-chimiques

Paramètre	F1	F2	F3	
Na ₂ O (%)	11.13%	11.21%	11.12%	
pH	11-12	11-12	11-12	
Densité (g/l)	350	300	250	
PS °F	7	4	2	
PM (cm)	30s	17.5	16.5	17.5
	60s	17	16.5	16
	180s	16.5	16	15

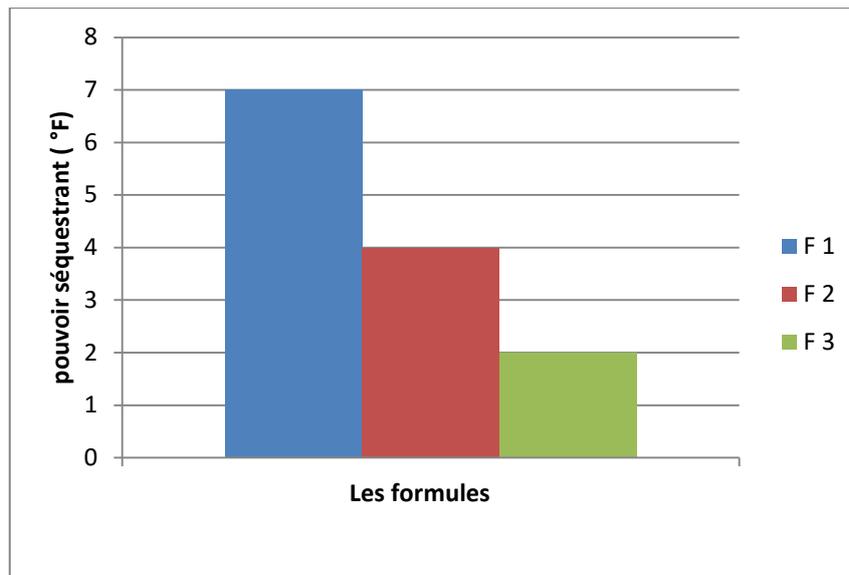


Figure 0-1 Variation du pouvoir séquestrant des formules

1.12 Interprétation des résultats

D'après les résultats, nous avons remarqué que :

1.12.1 L'alcalinité

Le taux d'alcalinité et les valeurs de pH sont directement proportionnels avec les ingrédients qui apportent l'alcalinité.

1.12.2 La densité

La densité de poudre en zéolithes est inférieure à celle en STPP. Les zéolithes alors ont une influence sur la masse volumique des détergents

1.12.3 Le pouvoir moussant

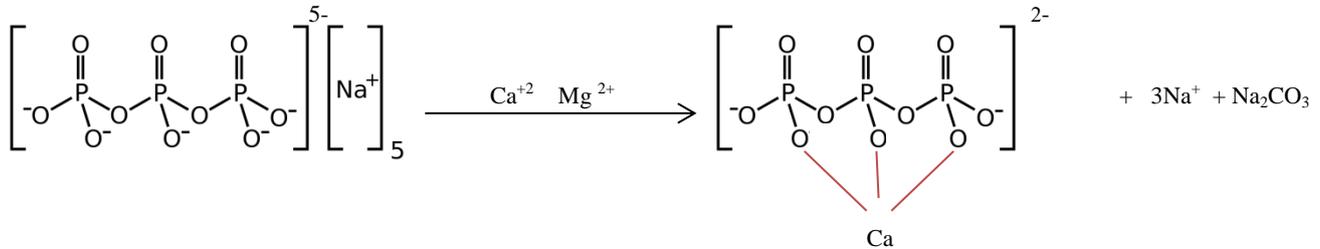
Il est pratiquement stable car il est lié directement au taux de la matière active fixé

1.12.4 Le pouvoir séquestrant

On remarque que le pouvoir séquestrant diminue avec la diminution du taux de STPP dans les formules.

1.13 Réaction de séquestration

C'est l'aptitude de STPP à retenir les cations Ca^{+2} et Mg^{+2} ; ce pouvoir s'exerce en particulier pour éviter la précipitation des sels de Calcium et le Magnésium dans les eaux dures de lavage. Le STPP séquestre les ions par chélation (formation de complexe ou chélate) suivant le schéma ci-dessous :

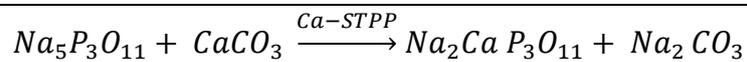


Équation 0-1 Réaction de séquestration

1.14 Réaction de solubilisation

C'est l'aptitude de STPP à mettre en solution à l'état de complexe des sels normalement insoluble (CaCO_3), cette propriété est mise au profit dans la détergence pour dissoudre les dépôts de sels alcalino-terreux formés sur les surfaces à nettoyer.

Ceci peut être illustré comme suit :



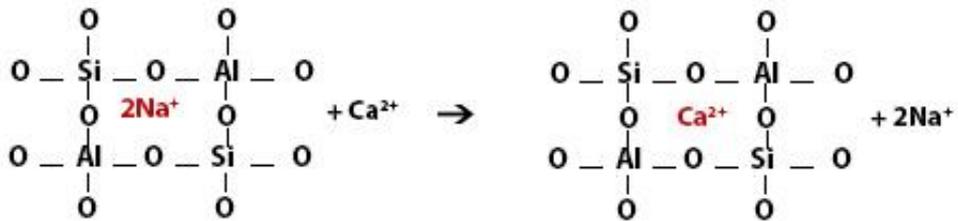
Équation 0-2 : Réaction de solubilisation

Le STPP séquestre les ions Ca^{+2} et Mg^{+2} pour former des complexes solubles et stables.

1.15 Action de la zéolite

Les zéolites est des aluminosilicates dont la formule chimique est $\text{Na}_{12}(\text{AlO}_2)_{12}, 27 \text{H}_2\text{O}$

Contrairement au STPP la zéolite ne permet pas la séquestration des ions Ca^{+2} et Mg^{+2} , elle lie seulement les ions Ca^{+2} par échange d'ions et très peu les ions de Mg^{+2} , cet échange peut être illustré par la réaction chimique suivante :



Équation 0-3 Réaction des zéolites avec les ions

Les ions Ca^{+2} sont bien échangés en peu de temps tandis que les ions Mg^{+2} sont peu échangés, avec l'augmentation de la température, le temps d'échange augmente.

1.16 Amélioration des résultats précédents

Le pouvoir séquestrant des STPP est très important par rapport à celle des zéolites ; pour résoudre ce problème on peut ajouter des autres additifs comme les copolymères afin de l'améliorer.

D'un point de vue économique il est faisable d'augmenter la quantité des zéolites dans la formule, car elles ne sont pas trop chères par rapport les STPP. Le prix d'un ton des zéolites = 1/3 le prix d'un ton des STPP.

Conclusion

La tendance actuelle dans la recherche et développement dans la chimie des détergents est orienté selon deux principes de bases :

- L'économie de matière première et l'énergie
- La résolution des problèmes de pollution posés par les rejets de l'industrie des détergents.

Actuellement, le seul substituant du STPP approprié est la zéolite qui est un produit synthétique mis au point le début des années 80 par la société HENKEL en Allemagne.

La substitution de STPP par les zéolites présente beaucoup d'avantages aussi bien sur l'aspect environnemental et la qualité de détergence par l'amélioration du pouvoir moussant. Toutefois il reste quelques propriétés que présente le STPP et qui sont incontestable à savoir :

- Séquestration en même temps des ions Ca^{+2} et Mg^{+2}
- Permet une action synergique
- Plus soluble dans l'eau par rapport aux zéolites qui sont pratiquement insolubles

Il est très important de noter l'éventuelle utilisation des poly carboxylates dans les détergents avec les zéolites car ces derniers ont le pouvoir d'améliorer les deux paramètres importants dans les détergents à savoir :

- L'amélioration du pouvoir anticalcaire
- L'amélioration de la solubilité des zéolites

BIBLIOGRAPHIE

1. <https://www.futura-sciences.com/planete/actualites>. Consulté le 24 mai 2019.
2. **Bernardon, Claire.** *Les zéolithes comme catalyseurs "verts" pour la synthèse organique : de leur applications en chimie organique.* s.l. : Université de Strasbourg, 2016.
3. **Véronique NARDELLO-RATAJ, Louis HO TAN TAÏ.** <https://www.universalis.fr/encyclopedie/detergents/>. Consulté le 25 Mai 2019.
4. **Remila Mehdi, Maouche Mehenna.** *Mémoire de Master (Evaluation du pouvoir de captage de la Zéolithe (cas eau polluée).* 2017 : Université A. MIRA – BEJAIA.
5. **S, Robert P et Jean-pierre.** *Chimie industrielle.* 1997.
6. **Dieye, Ousseynou.** *175 questions-réponses sur les produits ménagers .* FRANCE : Les Éditions de l'Homme, 2010.
7. **Châtillon, CHARLES A. De.** *Les savons et les détergents.* FRANCE : Presses universitaires de France, 1980.
8. **Gérin, Jérôme Lavoué & Denis Bégin & Michel.** *La substitution des solvants par les nettoyeurs aqueux.* Montréal : Université de Montréal, 2001.
9. **Véronique Nardello-Rataj, Louis Ho Tan Tai et Jean-Marie Aubry.** *Les lessives en poudre.* - mars 2003.
10. **Gry, Thoumelin.** *les tensioactif dans les eaux douces et marine (analyse, comportement, écotoxicologues).* 1995.
11. **LARPENT, CHANTAL.** *Tensioactif.* s.l. : Technique de l'ingénieur, 1995.
12. **Nacera, Brika.** *Synthèse et formulation d'un tensioactif anionique.* ALGER : Université des Sciences et de la Technologie d'Alger, Houari Boumediène, 2013.
13. **surfaces, Physico-chimie des. CE. Chitour.** Alger : O.P.U, 2004.

14. **Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie.** *TENSIOACTIFS ET OLEAGINEUX Etude sur les matières premières oléagineuses disponibles sur le marché européen pour la production de tensioactifs.* paris : s.n., Novembre 2001.
15. **Noiret N., Benvegno T. and Plusquellec D.** Surfactants from renewable resources. *Actualite Chimique.* 2002.
16. **C., Bonnevie.** *Synthèse et étude physico-chimique de nouveaux tensioactifs.* Université de Savoie. : Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Chambéry, , 1998.
17. **RONDEL, Caroline.** *these de doctorat 'Synthèses et propriétés de mélanges de nouvelles molécules polyfonctionnelles lipopeptidiques tensioactives'.* FRANCE : l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 2009.
18. **Antzoulatos, Vangelis.** *FORMULATION.* FRANCE : Ministère de l'Enseignement National, 2016.
19. **C, Larpent.** *Tensioactifs.* s.l. : Techniques de l'ingénieur, 1993.
20. **Abdelghani, CHATERBACHE.** *MEMOIRE de Magister ETUDE ET SYNTHESE DE COMPOSES TENSIOACTIFS A BASE DE SOUCHES NATURELLES ET OBTENTION DE DETERGENTS INDUSTRIELS BIODEGRADABLES.* CONSTANTINE : UNIVERSITE MENTOURI , 2007.
21. **Human & Environmental Risk Assessment on ingredients of European household cleaning products.** *Sodium Tripolyphosphate (STPP).* Juin 2003.
22. **Lenntech BV .** <https://www.lenntech.fr/francais/data-perio/p.htm>. Pays Bas : s.n., consulté le 24 Mai 2019.
23. **Huiying Chemical Industry(Xiamen.** *What are zeolites?* s.l. : <http://www.xmzeolite.com/en/products>, 2014.

24. **HOUDA, TEBANI.** *Thèse Magister "Elaboration et étude des propriétés structurales et optiques de nanoparticules de PbS incorporées dans la zéolithe Y".* Constantine : UNIVERSITE CONSTANTINE 1 DEPARTEMENT DE PHYSIQUE, 2015.

25. <https://berkey-waterfilters.fr/products/zeolite-original-pure>. *Poudre Pure Zéolite - Élimine les métaux lourds et les toxines du corps.* Consulté le 24 Mai 2019.

26. **H. Upadek, B. Kottwitz, B. Schreck.** *Tenside Surfactants Detergents* . 1996.

27. **L. Armand, J. Berthoin, M. Genevoix, J. Guéhenno, H. Mondor, F. Perrin, J. Rostand.** *Encyclopédie Internationale FOCUS.* s.l. : édition BORDAS, 1968.

28. **Dyer, A.** *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves* . 1988.

29. **Bernardon, Claire.** *Les zéolithes comme catalyseurs "verts" pour la synthèse organique : de leur synthèse à façon à leurs applications en chimie organique.* s.l. : Université de Strasbourg, 2016.

TABLE DES MATIERES

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des équations

Liste d'abréviation

Introduction	1
CHAPITRE I : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE	2
1.1 Présentation de l'entreprise.....	2
1.1.1 Historique du complexe.....	2
1.1.2 Fiche technique du complexe :	3
1.2 Les détergents	5
1.2.1 Historique	5
1.2.2 Définition.....	5
1.2.3 Mécanismes d'élimination des salissures	5
1.2.4 Classes des détergents	6
1.3 Formulation des détergents	7
1.3.1 Définition.....	7
1.3.2 Compositions	7
1.3.3 Exemple simplifié de formules de poudre à laver le linge	11
1.4 Tri-poly-phosphate de Sodium STPP	12
1.4.1 Définition.....	12
1.4.2 Les applications de STPP	12
1.4.3 L'évaluation des risques environnementaux	13
1.5 Substitution du STPP par les zéolites	13
1.5.1 Définition.....	13
1.5.2 Structure chimique :	14
1.5.3 Mécanisme de fonctionnement :	15
1.5.4 Applications des zéolites :	15
1.5.5 Zéolites en tant que des échangeurs d'ions :	16

CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES 17

2.1	Détermination du pouvoir séquestrant	17
2.1.1	Détermination du titre hydrotimétrique de l'eau de robinet	17
2.1.2	Détermination du pouvoir séquestrant du STPP.....	18
2.1.3	Détermination du pouvoir séquestrant des zéolites	20
2.2	Préparation des formules.....	20
2.2.1	Les matières premières utilisées	20
2.2.2	Les pourcentages des constituants des formules	21
2.2.3	Détermination de la quantité de MA :	21
2.2.4	Détermination de la quantité de Na_2SiO_3 :	21
2.2.5	Détermination de la quantité de l'eau	21
2.2.6	Mode opératoire :.....	22
2.3	Contrôle physico-chimique des formules	23
2.3.1	Détermination de la densité d'un détergent poudre :.....	23
2.3.2	Détermination de l'alcalinité	24
2.3.3	Détermination de pouvoir moussant.....	24
2.4	Détermination de pouvoir séquestrant des formules.....	25
2.4.1	Matériel et réactifs	25
2.4.2	Mode opératoire.....	25
2.4.3	Expression des résultats :.....	25

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION 26

3.1	Détermination du pouvoir séquestrant	26
3.2	Analyse des paramètres physico-chimiques	26
3.3	Interprétation des résultats	27
3.3.1	Alcalinité	27
3.3.2	Densité	27
3.3.3	Pouvoir moussant	27
3.3.4	Pouvoir séquestrant.....	27

3.4	Réaction de séquestration	28
3.5	Réaction de solubilisation	28
3.6	Action de la zéolite	28
3.7	Amélioration des résultats précédents.....	29

CONCLUSION	30
-------------------------	-----------

BIBLIOGRAPHIE	31
----------------------------	-----------

Liste des figures

<i>Figure 1-1: Vue du ciel d'une partie du complexe</i>	2
<i>Figure 1-2: Gamme des produits de l'E.N.A.D</i>	3
<i>Figure 1-3 Enlèvement des salissures grasses par rolling up</i>	6
<i>Figure 1-4 Formule semi développé de Sorbitane (18)</i>	10
<i>Figure 1-5 Formule semi développée du STPP</i>	12
<i>Figure 1-6 Riques du STPP sur l'environnement</i>	13
<i>Figure 1-7 Structure des zéolites</i>	14
<i>Figure 1-8 Représentation schématique des unités de construction primaires des zéolithes</i>	14
<i>Figure 1-9 Mécanisme de fonctionnement des zéolites</i>	15
<i>Figure 2-1 Formule semi développée de NET</i>	17
<i>Figure 2-2 Formule semi développée de l'EDTA</i>	17
<i>Figure 2-3 Solution en fin de dosage</i>	19
<i>Figure 2-4 Solution avant le dosage</i>	19
<i>Figure 2-5 Eau brute</i>	19
<i>Figure 2-6 Na₂CO₃</i>	20
<i>Figure 2-7 Na₂SO₄</i>	20
<i>Figure 2-8 Liquide soduim silicate</i>	20
<i>Figure 2-9 Azurant optique</i>	20
<i>Figure 2-10 STPP</i>	20
<i>Figure 3-1 Variation du pouvoir séquestrant des formules</i>	27

Liste des tableaux

<i>Tableau 1-1 Exemple simplifié de formules de poudre</i>	11
<i>Tableau 2-1 Distribution centésimale des ingrédients des formules préparées.....</i>	21
<i>Tableau 2-2 Quantités en gramme des constituants.....</i>	22
<i>Tableau 2-3 Quantité de STTP et les Zéolites entrant dans les formules.....</i>	22
<i>Tableau 3-1 Composition chimique expérimentale des formules préparées.....</i>	26
<i>Tableau 3-2 Résultats des analyses physico-chimiques</i>	26

Liste d'abréviation

ADN	L'acide désoxyribonucléique
DZD	Dinar Algerien
LAS	Alkylbenzène Sulfonates Linéaires
FAE	Alcool gras ethoxylé
STPP	Tri- Poly Phosphat de Sodium
ENAD	Entreprise National des Détergents
pH	Potentiel d'Hydrogène
AIPO	AluminoPhosphates
COV	Composé Organique Volatil
EDTA	EthylèneDiamineTétraAcétate
NET	Le noir d'Eriochrome
Th	Titre hydrotémitrique
MA	Matière Active

REMERCIEMENT

Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué au succès de mon stage et qui m'ont aidé lors de la rédaction de ce rapport.

Tout d'abord j'adresse mes remerciements à mon professeur Mr. BELKACEMI Samir de l'ISTA de BOUIRA qui m'a beaucoup aidé dans mon travail.

Je tiens à remercier vivement mon tuteur de stage Mr. NAILI DOUAOUDA Rabah, responsable du département Contrôle de qualité au sein de l'entreprise E.NA.D pour son accueil, le temps passé ensemble et le partage de son expertise. Grace à sa confiance j'ai pu accomplir totalement mes missions.

Je remercie également toute l'équipe de l'entreprise pour son accueil et son esprit d'équipe.

CHAPITRE II

MATERIEL ET METHODES

CHAPITRE I

RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

RESULTATS ET DISCUSSION

***TABLE DES
MATIERES***

CONCLUSION

BIBLIOGRAPHIE

ملخص:

تهدف هذه الدراسة إلى التأكد من فعالية تعويض ثلاثي فوسفات الصوديوم المتعدد بمركب الزيوليت في صياغات مواد التنظيف كونه مركب يتميز بخاصية تنقية الماء من املاح المغنزيوم والكالسيوم التي تعيق عملية التنظيف ، وهذا بهدف القضاء على المشكل البيئي الذي يسببه الفوسفات وهو ظاهرة النمو المتسارع للطحالب وبالتالي تحويل الوديان والتجمعات المائية إلى مستنقعات، تنعدم فيها الحياة المائية.

في هذا الصدد، قمنا بتحليل قوة عزل هذه المركبات في الماء العسر وكذلك في ثلاث تركيبات باستخدام نسب مختلفة. أظهر التحليل أن الزيوليت لديه قدرة عزل أقل من قدرة ثلاثي فوسفات الصوديوم المتعدد ولكنها تظل مقبولة.

إن قيمة هذه القوة في الزيوليت جيدة بما يكفي لاستعمالها في الصناعة ، حيث يمكننا إضافة بعض المركبات الأخرى من البولييميرات (لم ندرسها في هذا التبرص) لتحسينها، او استعمال نسبة أكبر منها في صياغة المركب باعتبارها رخيصة الثمن مقارنة ب ثلاثي فوسفات الصوديوم المتعدد.

الكلمات المفتاحية: زيوليت / ثلاثي فوسفات الصوديوم المتعدد / البيئة / مواد التنظيف

Résumé :

Ce travail a pour but d'étudier la faisabilité de la substitution des *Tripoly Phosphate de Sodium (STPP)* par les *zéolites* dans la formulation des *détergents en poudre* ; en tant qu'un agent d'adoucissement qui a pour but de séquestrer les ions de Ca^{+2} et Mg^{+2} qui entravent le processus de nettoyage. Cette substitution vise à éliminer le problème écologique causé par le Phosphate qui est l'eutrophisation ou la prolifération des algues qui vont détruire la vie aquatique.

A cet égard, nous avons analysé le pouvoir séquestrant de ces composés dans l'eau brute ainsi que dans trois formules en utilisant des proportions différentes. L'analyse a montré que les zéolites ont un pouvoir séquestrant(PS) inférieur à celui du STPP mais reste acceptable.

La valeur de ce pouvoir est suffisante pour l'utiliser dans l'industrie, où on peut ajouter des autres composés (des copolymères ; ils ne sont pas étudiés dans ce travail) pour l'améliorer, on peut augmenter également le teneur en Zéolites dans la formule, sans influencer sur l'aspect économique car elles sont moins chers par rapport le STPP.

Mots-clés : Zéolites / TripolyPhosphate de Sodium (STPP) / Environnement / Détergent poudre

Abstract:

The aim of this work is to study the feasibility of the substitution of zeolites for Sodium TriPoly Phosphate (STPP) in the formulation of powdered detergents; as a softening agent which aims to sequester the ions of $\text{Ca} + 2$ and $\text{Mg} + 2$ which hinder the cleaning process. This substitution aims at eliminating the ecological problem caused by Phosphate which is the eutrophication or the proliferation of the algae which will destroy the aquatic life.

In this respect, we analyzed the sequestering power of these compounds in raw water as well as in three formulas using different proportions; the analysis showed that the zeolites have a sequestering power (PS) lower than that of the STPP but still it is acceptable.

The value of this power is sufficient for use in industry, where we can add other compounds (copolymers, they are not studied in this work) to improve it, we can also increase the content of zeolites in the formula, without influencing the economics because they are cheaper compared to STPP.

Key-words: Zeolites / Sodium TriPoly Phosphate (STPP) / Environment / Detergent powder