



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO
ECOLE SUPERIEURE POLYTECHNIQUE
DEPARTEMENT GENIE CHIMIQUE
FORMATION DOCTORALE
OPTION : GENIE MINERAL

FICHE N°4 :
RAPPORT DE STAGE

Présenté par : Monsieur RANDRIANANTENAINA Heriniaina Vincent Christopher
Arthur

Encadreur académique : Professeur RAKOTOMARIA Etienne

Encadreurs professionnels : Monsieur RAKOTOARIVONIZAKA Ignace

Monsieur ANDRIAMALALA Mbola Prosper

REMERCIEMENTS

Nous remercions tout particulièrement toutes les institutions cités ci-dessous :

- PNUD, organisme international, qui a participé à la coopération avec les trois universités de Madagascar pour l'appui à la recherche scientifique et développement humain ;

- UNESCO, organisme international, qui a accepté de coopérer avec les universités de Madagascar pour financier plusieurs recherches à Madagascar ;

- Les comités Scientifique, qui ont validé la candidature et le rapport de stage ;

- Université d'Antananarivo et les équipes G/DHD dirigée par Monsieur VPFR d'avoir accepté l'accord de coopération et organisé le déroulement de ce stage avec les investisseurs;

- Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo d'avoir accepté comme organisme d'accueil durant le déroulement de ce stage ;

Nous remercions le professeur RAKOTOMARIA Etienne, encadreur pédagogique, pour son aide, sa compréhension et son soutien (scientifique et moral). Il a su me guider avec le sourire et me laisser une grande autonomie. Pour tout cela, et pour le reste, un très grand merci.

Monsieur RAKOTOARIVONIZAKA Ignace, enseignant chercheur et Monsieur ANDRIAMALALA Mbola Prosper, chef laboratoire Vontovorona, encadreurs professionnels, ont su me faire profiter de sa grande expérience de la Recherche au laboratoire et de nous aider la démarche à suivre pour effectuer le stage ;

SOMMAIRE

Introduction générale

Chapitre I : Présentation générale du projet dans le cadre des missions de l'ESPA

I.1: Les missions de l'ESPA

I.2: Présentation générale du projet

I.2.1 Historique et objectifs du projet

I.2.2 Méthodologie

Chapitre II : Travaux effectués durant le stage

II.1 : Travaux du laboratoire

II.2 : Descente sur terrain

II.3 : Enquête technico économiques diverses

Conclusion et perspectives

Annexes :

Annexe 1 : présentation générale de l'ESPA

Annexe 2 : Travaux de laboratoire

Annexe 3 : Descente sur terrain

INTRODUCTION GENERALE

Le présent rapport est rédigé au titre du « rapport de stage » prévu à la fiche 4 de la bourse attribuée par le PNUD, l'UNESCO et les Universités d'Antananarivo dans le Domaine de la Gouvernance et du Développement Humain Durable (G/DHD). Ce projet est notamment relatif au renforcement de la Recherche Scientifique et au développement d'un dispositif d'accueil des stages académiques et professionnels des étudiants.

Ce rapport comprend deux chapitres et une conclusion. Dans le premier chapitre, nous faisons une présentation générale de notre projet en essayant de situer ce dernier dans le cadre des missions générales de l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo. Dans le second chapitre, nous donnons un compte rendu synthétique des travaux effectués durant le stage :

- les travaux de laboratoire ;
- la descente sur terrain ;
- et une enquête technico – économiques diverses.

Chapitre I : présentation générale du projet dans les missions de l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo.

I. Mission de l'ESPA

On trouvera en annexe une présentation générale de l'ESPA.

Parmi les diverses missions de l'Ecole, soulignons simplement :

- Celle de la « formation de formateurs » à travers la formation doctorale ;
- celle de maîtrise technique et de recherche appliquée pour le Développement ;
- enfin, celle de partenariat avec les opérateurs économiques et de Développement.

II. Présentation générale du projet

Dans la perspective de ces missions, nos travaux visent la préparation d'une thèse sur la valorisation des déchets de chromite de l'exploitation minière de la société KRAOMA, en poursuivant nos recherches antérieures pour produire de l'anhydride chromique CrO_3 , destiné notamment à la société SECREN pour le chromage dur.

II.1 : Historique et objectifs du projet

II.1.1: Historique

Rappelons que nous travaillons depuis plusieurs années sur divers procédés de valorisation des déchets de chromite pour produire CrO_3 :

- En 2008, notre projet de fin d'étude pour le diplôme d'ingénieur à porter sur « la contribution à l'étude de valorisation de déchets de chromite par voie sulfurique ». Dans ce travail, nous avons montré qu'il était effectivement possible, à partir des déchets de chromite d'obtenir CrO_3 à l'échelle du laboratoire, en utilisant les méthodes classiques utilisant de peroxyde de sodium et l'acide sulfurique.
- En 2010, dans le cadre de notre mémoire de diplôme d'étude approfondie (DEA), nous avons repris ces travaux en cherchant des variantes ; en particulier en vue de diminuer la consommation des produits chimiques. Les résultats obtenus nous ont permis de déposer et d'obtenir un brevet d'invention auprès de l'OMAPI.

II.1.2: Objectifs

Encouragé par ces résultats et après prise de contact auprès de la SECREN, du Ministère des Mines et des industries stratégiques, et Monsieur le Professeur RAMOROSON, à l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antsiranana, Monsieur le

Professeur RAKOTOMARIA Etienne m'a encouragé à poursuivre les travaux dans ce domaine pour aboutir à une thèse de doctorat, en poussant les recherches vers la réalisation d'une petite unité pilote.

Précisons cette notion d'unité pilote.

Dans la perspective d'application d'un résultat de recherche obtenu au laboratoire, il est généralement indispensable de passer par une étape de « production pilote » pour préparer l'étape de production réelle à l'échelle industrielle. Une « opération pilote » est une production réelle, mais à petite échelle, pour adapter les méthodes établies au niveau du laboratoire à une échelle permettant de prévoir les problèmes techniques et les coûts, les qualités, ... susceptibles d'être rencontrés à l'échelon industriel et de préparer les choix technico économiques futures dans les projets d'investissements industriels réels.

II.2 : Méthodologie

Compte tenu de ce qui vient d'être dit, l'étude à l'échelle pilote doit donc comprendre

– ***Un complément des travaux à l'échelon du laboratoire*** et avec du matériel et une capacité plus élevée susceptible d'être porté ultérieurement à une échelle industrielle réelle ;

– ***Des études sur terrain pour préciser et valider les diverses hypothèses du projet final*** ;

– ***Des enquêtes technico économiques diverses*** pour préciser les caractéristiques techniques et les coûts éventuels des matériels et des produits nécessaires pour les investissements et l'exploitation future.

Chapitre II : TRAVAUX EFFECTUE DURANT LE STAGE

I. Travaux de laboratoire

Comme dit précédemment, nous avons poursuivi des travaux de laboratoire pour compléter les données scientifiques et techniques nécessaires pour dimensionner l'unité pilote. On trouvera en annexe II les données qui peuvent être utiles.

II. Descente sur terrain

Nous avons effectué avec le Professeur RAKOTOMARIA Etienne, une descente sur terrain à Brieville du samedi 27 septembre au Mercredi 01 Octobre 2014 pour valider les données en notre possession, prélever des échantillons pour des essais complémentaires futures, et discuter avec les responsables locaux de la KRAOMA des perspectives de notre projet.

On trouvera en annexe III quelque donnée recueillis lors de cette mission.

III. Enquêtes technico-économiques diverses

Pour dimensionner correctement l'unité pilote, nous avons essayé de rassembler le maximum d'informations sur les matériels, fournitures, débouchés pour CrO_3 , en vue d'une évaluation technico-économique du futur projet.

Sans nous étendre sur des données trop spécialisées, soulignons qu'à l'étape actuelle de l'avancement de nos travaux, nous avons retenu les hypothèses suivantes pour notre unité pilote :

Tableau n°1 : Tableau de récapitulation

N°	DESIGNATION	NOMBRE	QUANTITE (kg)
1	Nombre de jour ouvrable par an	250	-
2	Besoin de CrO_3 par an par la société SECREN	-	14000
3	Nombre d'opération effectué par jour	4	-
4	Quantité de CrO_3 à produire par jour	-	56
5	Quantité de minerai utilisé par jour	-	470
6	Quantité de minerai utilisé par opération	-	118
7	Quantité de Cr_2O_3 dans le minerai par opération	-	18
8	Quantité de CrO_3 à produire par opération	-	14

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Nos activités pendant ce stage nous ont permis de confirmer, la possibilité de produire CrO_3 par notre procédé.

Nous avons résolu nos problèmes du choix des matériaux pour les cuves de réactions : en effet les réactifs d'attaque sont très agressifs et attaquent très rapidement les tôles ordinaires en fer, en aluminium et d'autres produits courants.

Nous poursuivons nos études et conception des différents matériels pour la suite du projet.

Nous souhaitons souligner l'encouragement enthousiaste des différents partenaires potentiels que nous avons rencontrés.

Nous poursuivons nos activités pour l'élaboration d'un projet pilote chiffré.

ANNEXES

Annexe I: Présentation générale de l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo

L'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo (ESPA) une institution qui a fonctionné depuis 1973 sur la base des infrastructures héritées de différents Etablissements d'Enseignement Supérieur Technique de cette époque, tels que l'Institut Universitaire de Technologie Industrielle (IUTI), l'Ecole Nationale des TRAVAUX Publics (ENTP), et l'Institut National de Télécommunications et des Postes (INTP).

C'est est un établissement supérieur rattaché à l'université d'Antananarivo. Anciennement dénommé Etablissement Supérieur Polytechnique (E.E.S.P.), elle a reçu sa nouvelle appellation par le Décret n°91-148 du 26 mars 1991 portant création des Ecoles Supérieure Polytechnique.

L'ESPA est située géographiquement au Campus de Vontovorona, à 20 kilomètres de la capitale sur la RN1. Par contre son Administration Centrale est implantée à Ambohitsaina. Des laboratoires, des Départements Electronique et Télécommunications et un bloc technique, centre de production et de travaux pratiques (fabrication mécanique,...) se trouve également à Ambohitsaina. Mais il y a aussi des laboratoires comme laboratoire chimie minérale, chimie organique,... à Vontovorona.

IV. LES MISSIONS DE L'ESPA

L'Ecole Supérieure Polytechnique est un Etablissement d'Enseignement Supérieur rattaché à l'Université. Elle a pour missions principales d'assurer :

I.1 : La formation initiale

- ❖ De techniciens supérieurs
- ❖ D'ingénieur

I.2 : La formation de 3ème cycle

- ❖ Formation Doctorale : Diplôme d'Etude Approfondie (D.E.A.) et Doctorat
- ❖ Formation Professionnelle : Diplôme d'Etude Supérieure Spécialisée (D.E.S.S.)
- ❖ L'habilitation à diriger des recherches notamment en matière de Sciences de l'Ingénieur.

V. ADMISSION & INSCRIPTION

II.3 : Conditions d'admission en Première Année

- ❖ Concours national : Ouvert aux titulaires des baccalauréats série

C-D- Technique Industrielle - Technique Génie Civil

II.4 : Dossier d'hébergement pour les nouveaux bacheliers

- Fiche d'admission des chambres en cité universitaire (01)
- Lettre d'engagement (02)
- Autorisation d'engagement des matériels (01)
- Photocopie d'accusé de réception d'inscription ou carte d'étudiant (01)
- Demande de logement (manuscrite). Adressé à Monsieur le Chef de Service de la cité universitaire de Vontovorona (02)
- Certificat de résidence (père, mère, ou tuteur)
- Extrait de bulletin de naissance (01)
- Photocopie légalisée d'attestation de réussite au baccalauréat (01)
- Enveloppe timbré à l'adresse des parents ou tuteurs(02)
- Photo récente(06)
- Loyer (quittance) – photocopie (01)
- Chemise Ordinaire :

II.5 : Dossier A Fournir Pour Inscription/ Réinscription

Communs

- Fiche d'inscription (à retirer auprès du service de la scolarité Vontovorona)
- Fiche de bourse (à acheter auprès du SIOB Ankatso)
- 04 photos d'identité récentes
- 01 enveloppe timbrée à l'adresse des parents ou tuteur (02 pour la 5^e Année)
- Certificat de résidence des parents
- Quittance du droit d'inscription

– Lettre d’engagement à légaliser au Firaisana à retirer auprès de service de la scolarité (formation licence ès sciences techniques)

– Chemise ordinaire (01) (Couleur suivant année d’étude) :

II.1 : Dossiers supplémentaires pour toute réinscription

– Quitus CROUA

– Ancienne carte d’étudiant

Pour les étudiants en 3^{ème} Année redoublants – 4^{ème} – 5^{ème} Année

– Quitus Bibliothèque ESPA

– Quitus Bibliothèque Universitaire

VI. DIPLOMES & CURSUS

II.1.3: Diplômes délivrés

- Licence professionnalisante
- Ingéniorat
- D.E.A
- Diplôme d’Etude Supérieur Spécialisé (D.E.S.S.)
- Diplôme de Docteur Nouveau Régime (D.N.R)
- Diplôme de docteur Habilitation à Diriger des Recherches (HDR)

II.1.4: Formations

1) Formations d’ingénieurs en :

- Bâtiment et Travaux Publics
- Électronique
- Génie Chimique génie Électrique
- Génie Mécanique et Productique
- Géologie
- Hydraulique
- Météorologie
- Mines
- Sciences des Matériaux et Métallurgie
- Télécommunication
- Information Géographique et Foncière

2) Cycle préparatoire

Annexe II: Travaux du laboratoire

Ce mémoire consiste la transformation de la matière première en produit chimique comme le CrO_3 . Cette production de CrO_3 vise fondamentalement à travers sa stratégie de mise en œuvre à réduire la quantité de déchets encombrants et de produire qualitativement et quantitativement de CrO_3 utilisable au chromage dur. Il vise aussi à participer au combat de développement de ce pays.

I. Les matières premières

Ce projet consiste à valoriser les déchets de la chromite d'Andriamena à l'aide de traitements par voie eutectique. Donc on utilise des matières comme des déchets que ce soit déchets de traitements ou déchets d'exploitation.

II. Les réactifs utilisés lors de l'attaque

- L'hydroxyde de sodium (NaOH) ;
- L'hydroxyde de potassium (KOH) .

III. ANALYSE CHIMIQUE DES DECHETS DE LA CHROMITE

Dans ces travaux de laboratoire, nous pensons qu'il est nécessaire de présenter un aperçu général sur la conduite de l'ensemble de cette étude: la méthode d'analyse et méthode expérimentale.

Durant le période de stage dans le laboratoire de génie minérale de Vontovorona, nous avons effectué beaucoup de chose concernant la thèse comme nous avons cité ci-dessous :

- Analyse chimique des déchets de la chromite ;
- Plusieurs attaques chimiques suivies de succession de séparation des impuretés ;
- Essai de production de CrO_3 .

Les échantillons étudiés proviennent de la mine d'Ankazotaolana et de Bemanevika.

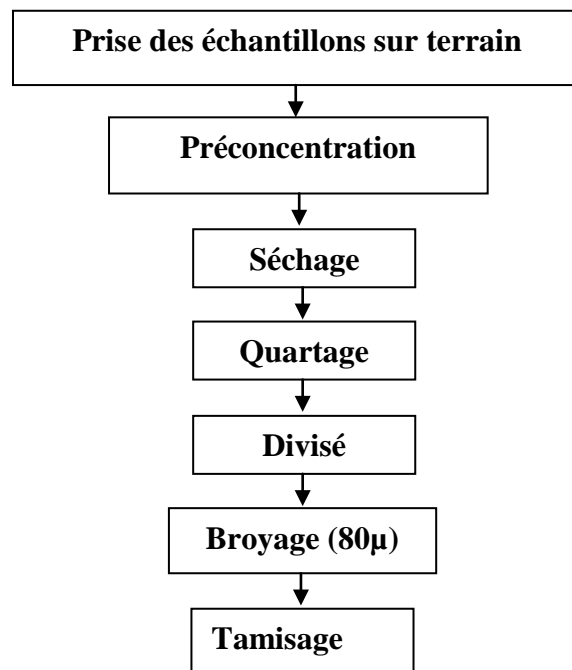
On a examiné deux échantillons différents :

- rejet spiral ;
- rejet liqueur dense
- rejet de déphosphoration

Ces deux rejets sont présentés en poudre avec une granulométrie inférieure ou égale à 1mm

Le mode d'échantillonnage appliqué est l'échantillonnage au hasard, pour le prélèvement des deux déchets.

La préparation des échantillons se fait en trois étapes différentes :



1) Séchage

On les met dans une étuve à une température 105°C pendant 3 heures. Après on laisse refroidir pendant quelques minutes et ensuite on passe à l'étape suivante. Le but de séchage est d'avoir une masse exacte de l'échantillon.

2) Tamisage

Dans cette étape, on utilise cinq séries de tamis : 80,100, 125, 300 et 400µ, Tableau n°2 : le résultat de tamisage

Types échantillon	Masse de l'échantillon [g]	Ouverture tamis [µm]	Ri [g]	Ai [%]	Bi [%]
Rejet spirale	572	400	538	94,06	5,94
		300	524	91,61	8,39
		125	440	76,92	23,08
		100	250	43,71	56,29
		80	138	24,13	75,87
Rejet liqueur dense	638	400	615	96,39	3,61
		300	609	95,45	4,55
		125	575	90,13	9,87
		100	400	62,70	37,30
		80	325	50,94	49,06
Rejet		400	615	96,85	3,15

déphosphoration	635	300	600	94,49	5,51
		125	574	90,39	9,61
		100	411	64,72	35,28
		80	321	50,55	49,45

Tableau N°10 : Résultats de tamisage

La courbe granulométrique des échantillons est représentée par la fonction $B_i = f(d_i)$

$$A_i = \frac{R_i}{M_s} \times 100$$

$$B_i = 100 - A_i$$

Avec R_i = Refus cumulé

A_i = pourcentage refus cumulés

B_i = pourcentage passant cumulé ;

d_i = ouverture des tamis.

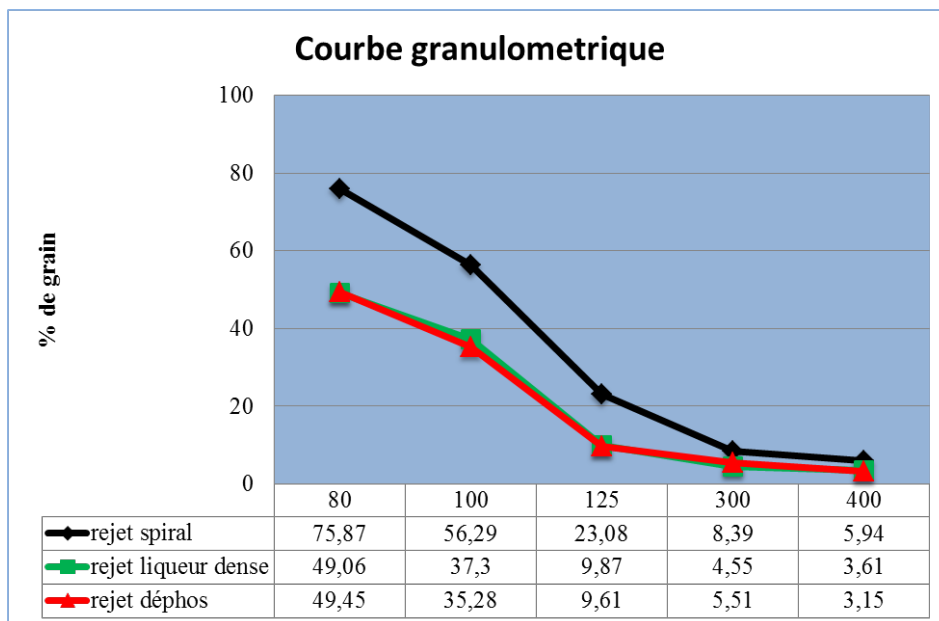


Figure 3 : Courbe granulométrique de l'échantillon [Auteurs]

D'après cette courbe granulométrique, on remarque que le pourcentage des échantillons de diamètre $d \leq 80\mu\text{m}$ est faible. Au cours de l'étude expérimentale, on a utilisé le passant cumulé dans l'ouverture de tamis de diamètre $80\mu\text{m}$. Après le tamisage, on passe à l'étape suivante : c'est le broyage.

3) Broyage

L'opération de broyage s'effectue à l'aide d'un broyeur à main. Les passants cumulés de diamètre : 100µm, 125µm, 300µm et 400µm seront broyés de nouveau pour disposer des particules très fines (inférieur à 80µm). Après broyage, on passe à l'opération de tamisage.

A. PREPARATION DES REACTIFS

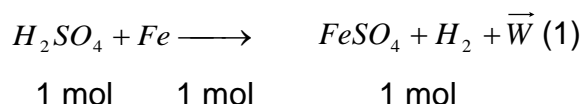
Nous utilisons Na₂O₂ ou K₂O₂ préparés selon les méthodes du laboratoire.

1) Préparation de sel de Mohr : Mode de préparation du sel de Mohr ou sulfate ferreux et d'ammonium (2N/3) que nous utilisons pour l'analyse du chrome.

- Peser 5.6 g de limaille de fer pur (couleur gris foncé) ;
- La mettre dans un bêcher de 500 ml à sec ;
- Attaquer ce dernier avec de l'acide sulfurique concentré tel que le volume d'acide utilisé soit ;

$$V_{H_2SO_4} = 15ml$$

On remarque que la réaction entre l'acide sulfurique concentré et la limaille de fer est exothermique. L'attaque doit s'effectuer sous hotte car la réaction entre l'acide et le fer dégage des gaz très toxiques, selon la réaction.

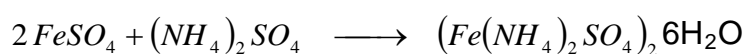


- Placer maintenant la solution obtenue sur une plaque chauffante (T° = 60 à 70°C) ;
- Porter à l'ébullition puis ajouter 25 g de sulfate d'ammonium (NH₄)₂ SO₄) dans la solution puis agiter :

Résultats

Après refroidissement, on filtre la solution obtenue à l'aide d'un papier-filtre et on ramène le filtrat à 1000ml en additionnant de l'eau distillée, puis on obtient enfin une solution de sel double de fer II et d'ammonium.

Voici la réaction :



2) Préparation permanganate de potassium

- On dissout dans un litre d'eau distillée bouillante 9,300 g de permanganate de potassium KMnO₄ ;

- On filtre la solution précédente à l'aide du papier-filtre ;
- On laisse refroidir le filtrat obtenu dans une fiole jaugée de 1 litre.
- On obtient une solution de permanganate de potassium KMnO_4

Calcul du nombre de mol de permanganate de potassium

$$n_1 = n_{\text{KMnO}_4} = \frac{m_1}{M_1} = \frac{9.30}{158} = 5.8810^{-2} \text{ mol}$$

m_1 = masse du permanganate de potassium

M_1 = masse molaire KMnO_4

Calcul de sa normalité N

$$N = 5 \times n_1 = 5 \times \frac{m_1}{M_1} = 5 \times 5.8810^{-2} = 2.9410^{-2} \text{ N}$$

Donc la normalité de KMnO_4 est 2.9410^{-2} N

Calcul de sa concentration C_1

$$C_1 = \frac{n_1}{V_1} = \frac{5.8810^{-2}}{1} = 5.8810^{-2} [\text{mol/L}]$$

V_1 = volume de l'eau chaude qu'on a utilisé pour dissoudre le KMnO_4

B. DOSAGE DU CHROME DANS LES ECHANTILLONS

1) Principe :

- Par fusion oxydante au peroxyde de sodium Na_2O_2 et reprise à l'eau distillée, la chromite passe en solution sous forme de chromate soluble (chromate de sodium) Na_2CrO_4 ;
- Acidifier la solution obtenue par l'acide sulfurique.
- Réduction de l'acide chromique par un excès connu d'une solution de sulfate ferreux et titrage de cet excès par une solution titrée de permanganate de potassium.

Pour cet essai on a besoin de :

- ✓ Un bécher ;
- ✓ Un verre de montre ;
- ✓ Un Erlenmeyer (500ml ou 1000ml) ;
- ✓ Un four électrique ;
- ✓ Plusieurs creusets en platine pur (40 ml) ;
- ✓ Une burette graduée ;
- ✓ Une fiole jaugée ;
- ✓ Une plaque chauffante.

Les réactifs utilisés sont :

- Acide sulfurique concentré de densité $d : 1.83$, concentration : 98% ;
- Acide sulfurique dilué de concentration $C : 0.5N$
- Peroxyde de sodium ;
- Solution de permanganate de potassium de concentration $C : N/3$
- Chlorure de sodium (NaCl)
- Solution de sel de Mohr de concentration $C : 2N/3$.

2) Mode opératoire

- On prend 0.5g de minerai de chrome;
- On l'introduit entre 2 couches de peroxyde de sodium de laboratoire Na_2O_2 de masse 5 g, dans un creuset en nickel ;
 - On mélange le minerai de chrome et le peroxyde à l'aide d'une spatule de verre ; attaquer le mélange au four électrique à une température de $T = 600^\circ C$ pendant 20 minutes.
 - Après refroidissement (à l'air libre), on ajoute de l'eau distillée chaude dans le creuset.
 - On observe une apparition d'effervescence et un dégagement des gaz peu toxique au niveau de la solution, donc il est préférable de recouvrir le bécher à l'aide d'un verre de montre et d'effectuer l'opération sous une hotte.
 - On rince le creuset et /ou ramené à 500 ml le volume de la solution obtenue avec de l'eau distillée chaude.
 - On chauffe la solution sur une plaque chauffante ($T=90^\circ C$) pendant 15 minutes, la solution jaune clair devient jaune marron. La variation de la couleur est provoquée par la formation des précipités d'hydroxydes métalliques. (Fe, Mn, Mg,...).

3) Résultats des dosages du chrome dans les échantillons

Le pourcentage de Cr_2O_3 avec les paramètres caractéristiques du dosage volumétrique est indiqué sur le tableau suivant :

Tableau n° 6 : Résultat du dosage de chrome

Échantillon	Prise d'essai (g)	V_1 (ml)	X_1 (ml)	V_2 (ml)	V_i (ml)	V_3 (ml)	$D = \frac{V_2 V_i}{(X_1 - V_3)}$	% Cr_2O_3
Rejet spirale	0.5605				19	6.50	9.3505	14.46

Rejet déphosphoration	0.5647	44	20	6.8	17.1	5.6	14.8923	23.03
Rejet liqueur dense	0.5638				11.2	4.6	3.7441	5.79

4) Interprétation des résultats obtenus

Les résultats obtenus montrent que la teneur en Cr_2O_3 dans les différents échantillons n'est pas la même. Le rejet de déphosphoration a un pourcentage plus élevé (23.03%) par rapport aux autres déchets (rejet spirale 14.46% et rejet liqueur dense 5.79%)

II.1 : ATTAQUE DU MINERAL : Etude expérimentale

A. Objectif de l'étude expérimentale

✓ L'étude expérimentale a pour objet de valoriser les déchets de chromite pour obtenir le trioxyde de chrome à partir des déchets de traitement de la société Kraomita Malagasy.

✓ Caractériser les facteurs d'influence de cette transformation et tirer les conclusions nécessaires pour pouvoir optimiser l'efficacité de cette transformation, tels sont les objectifs que nous essayons d'atteindre dans notre étude expérimentale.

✓ Les données expérimentales appuyées par des analyses bibliographiques vont nous servir à l'élaboration et à la mise au point d'un procédé de traitement chimique du minerai local.

B. BUT DE CETTE REACTION

Dans cette recherche, il faut avoir une réaction plus ou moins complète, c'est-à-dire une quantité de Cr_2O_3 entré au départ doit transformer totalement à la fin à une quantité de CrO_3 . Donc dans ce cas, on a les conditions d'attaque suivantes :

- ↪ Température la plus faible et suffisante ;
- ↪ Réaction favorable ;
- ↪ Réactifs à une quantité bien déterminée ;
- ↪ Avoir un rendement d'attaque plus élevé
- ↪ Produire du trioxyde de chrome

Durant cette opération, on évite d'utiliser l'eau oxygéné pour favoriser la réaction entre le minerai de chrome et les réactifs utilisés comme la soude caustique et l'hydroxyde de potassium.

Le minerai utilisé peut être celui qui a une quantité insuffisante du rapport Cr/Fe et/ ou le minerai enrichie.

C. MODE OPERATOIRE

❖ Peser 10g de minerai de chrome, qui contient 1,5g de Cr_2O_3 pour le rejet spiral ; 2,303g de Cr_2O_3 pour le rejet déphosphoration ; 0,579 g de Cr_2O_3 pour le rejet liqueur dense.

❖ Prendre 2,29 g de Na_2O_2 ou 3,23 g de K_2O_2 pour le rejet spiral; 3,51g de Na_2O_2 ou 4,95 de K_2O_2 pour le rejet déphosphoration ; 0,858g de Na_2O_2 ou 1,21g de K_2O_2 pour le rejet liqueur dense.

❖ Mélanger les dans un creuset en acier ;

❖ On verse quelque goutte d'eau pour avoir un mélange sous forme de pâte ;

❖ Porter le mélange dans un four à une température bien déterminée ;

❖ Garder le sur le four pendant une durée bien précise ;

❖ Après la cuisson, on passe à l'étape de mise en solution ;

❖ Passer aux différentes étapes des opérations.

D. REACTION



Ou



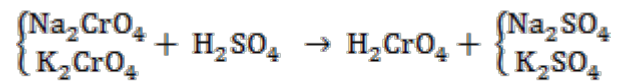
E. ETAPE DES OPERATIONS

La solution originale obtenue après rinçage du mélange attaqué est de couleur verdâtre. Le pH de cette solution est environ de 14.

1) Première séparation

Cette solution est celle de la solution de chromate de potassium et sodium. Elle a de couleur verdâtre et de pH = 14. L'agent réducteur de pH utilisé dans cette recherche est l'acide sulfurique (H_2SO_4) 98%.

Les réactions durant la séparation des impuretés :



Lorsqu'on verse petit à petit de l'acide sulfurique, la solution change de couleur. La couleur verdâtre devient jaune et le pH de la solution doit être réduit de petit à petit.

a) Diagramme potentiel E-Ph

Un diagramme potentiel –pH est relatif à un élément chimique donné, présent en solution aqueuse à divers nombre d'oxydation dans différentes espèces chimiques. Ces diagrammes ont été proposés et établis par le chimiste belge POURBAIX.

Annexe III: DESCENTE SUR TERRAIN

I. Présentation de la Société KRAOMA

I.1: Historique

Depuis 1969 la société KRAOMA a exploité les gisements pour le minerai de chrome dans la région d'Andriamena.

L'historique de l'exploitation est donné ci-dessus :

↪ 1969 : Début de l'exploitation de BEMANEVIKA, le gisement est mis en production ;

↪ 1969 : Démarrage de Laverie, c'est-à-dire la première expédition des concentrés de chromite ;

↪ 1973 : Suspension de BEMANEVIKA à cause de l'existence des éboulements dans la mine ;

↪ Novembre 1973 : Début de l'exploitation de la mine d'ANKAZOTAOLANA ;

↪ 1979 – 1980 : Réouverture de la mine de BEMANEVIKA ;

↪ Juillet 1981 : Démarrage d'unité de traitement des produits rocheux ;

↪ 2002 : Fin de fonctionnement de l'unité de déphosphoration ;

↪ 2007 : Epuisement de la mine d'ANKAZOTAOLANA ;

↪ 2008 : Dépannage des tables vibrantes (section laverie).

Actuellement la KRAOMITA MALAGASY « KRAOMA » est la première société en termes de chiffre d'affaire et de quantité, qui exploite les minerais de chrome à Madagascar.

I.2: La mine d'Andriamena

Andriamena est située entre la rivière Betsiboka et celle de Mahajamba. Elle comprend deux principaux gisements :

- Ankazotaolana (épuisé)
- Bemanevika et d'autres petits gisements.

a) Gisement de Bemanevika

Un important glissement de terrain a suspendu son exploitation. Suivant les études de faisabilité en 1990 pour la remise en exploitation de ce gisement, la réserve géologique était de 3 000 000 de tonnes pour une fosse optimisée évaluée à 2 280 000 tonnes à 3 000 000 de tonnes de minerais. L'exploitation de ce gisement a été reprise en 2007. La teneur en Cr_2O_3 moyenne est de 34.90% et le ratio Cr/Fe moyen de 2.32.

b) Gisement d'Ankazotaolana

Le gisement de chromite d'Ankazotaolana est aussi situé dans la partie Sud de la zone chromifère d'Andriamena et est exploité à ciel ouvert par la méthode de gradin.

L'exploitation de la mine d'Ankazotaolana a été arrêtée en Décembre 2007 à cause de son épuisement. La teneur en Cr_2O_3 moyenne est de 33% et le ratio Cr/Fe moyen de 2.2.

I.1.1: Unité de traitement des minerais

Schéma 1 : Processus de laverie et liqueur dense

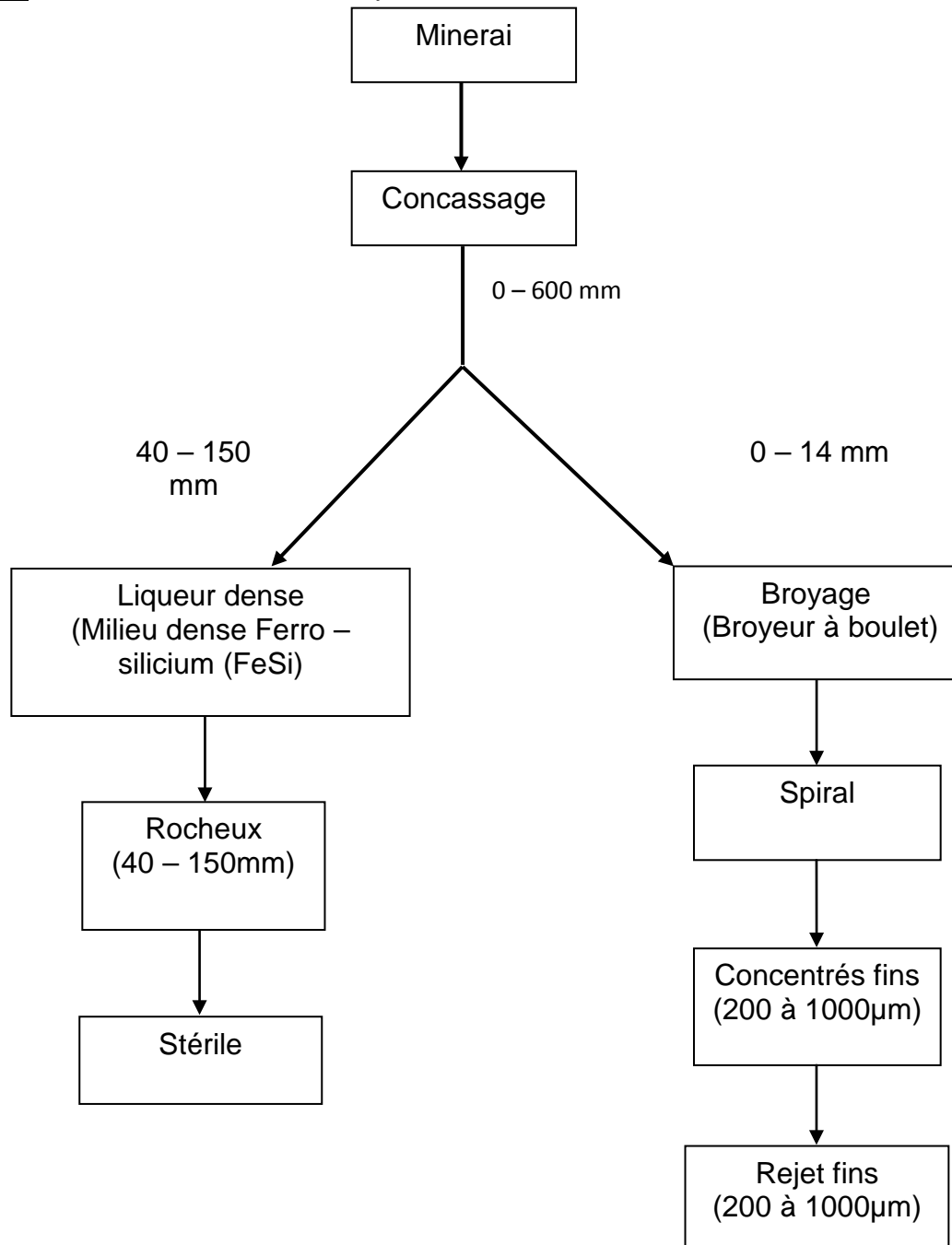
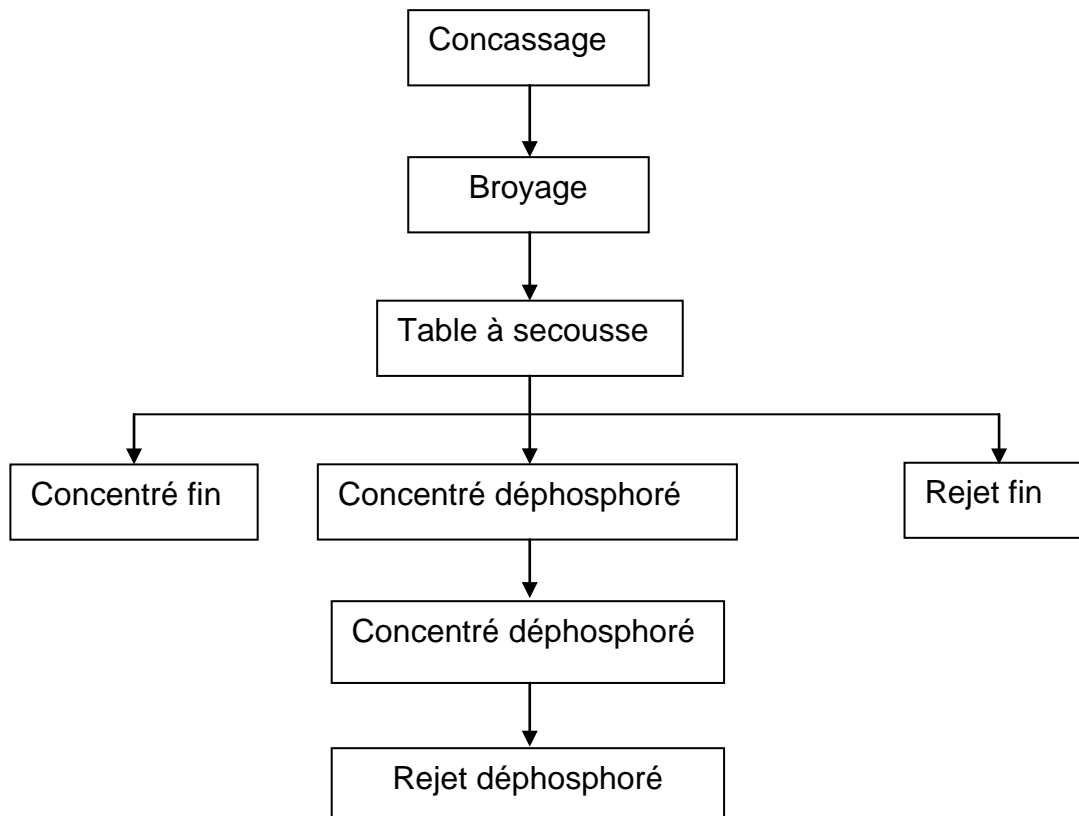


Schéma 2 : Processus de déphosphoration



a) Unité de concassage

Le principe utilisé est la réduction granulométrique du tout venant à partir de plusieurs machines de fragmentation. Ces machines seront ensuite associées à des cribles en vue de classer les produits obtenus selon leurs dimensions vers d'autres sections de traitement. Elle est conçue pour un débit de 100t/h en moyenne mais pouvant aller jusqu'à 150t/h si le minerai est sec.

b) L'unité de traitement par liqueur dense

Ce milieu dense est obtenu par un produit appelé « ferro - silicium ». Il a pour but de donner au liquide une densité supérieure à celle des stériles et inférieure à celle de la chromite. Lors du traitement, la densité normale pour que la séparation se fait, est de 3,5 car en effet la Chromite a une densité de 3,8 environ.

Tableau n° 7 : production du rocheux par la Société Kraoma (2013)

Année 2013												
Mois	Jan	Fév	Mars	Avril	Mai	Juin	Juil.	Aout	sept	Oct.	Nov.	Déc.
		TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS

Quantité	0	0	515	3370	5265	7869	6880	10417	7594	5929	7446	6146
----------	---	---	-----	------	------	------	------	-------	------	------	------	------

c) L'unité de traitement laverie

Elle a été conçue pour traiter les produits dont la dimension est inférieure à 40mm et produire des concentrés humides de granulométrie inférieure à 1mm avec une capacité de 45 à 50t/h.

Le tout venant fragmenté jusqu'à une granulométrie – 14mm de la station de concassage, sera directement versé dans le silo de stockage de la laverie.

Dans cette section, le principe est la séparation gravimétrique. Cette méthode nécessite beaucoup d'eau car le principe général est simple : la chromite vu sa densité élevée par rapport aux autres minéraux, se distingue du lot par l'intermédiaire du lavage.

Tableau n° 8 : production de la laverie par la Société Kraoma (2013)

Année 2013												
Mois	Jan	Fév.	Mar	Avril	Mai	Juin	Juil.	Aout	sept	Oct.	Nov.	Déc.
	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS
Quantité	6558	890	4813	5009	4587	1601	4582	8474	7221	5355	4676	4334

I.1.2: Les Rejets de production

Les principaux types de déchets de l'exploitation de la chromite sont constitués de

- ↪ Rejet déphosphoration ;
- ↪ Rejet spirale ;
- ↪ Rejet de liqueur dense.

De plus Madame le chef de service laverie, nous a guidé avec ses collaborateurs dans la récolte des différents échantillons des déchets ainsi définis.

De même, pour éviter le transport d'échantillon trop lourd à transporter à l'aide du petit véhicule à notre disposition, elle nous a également aidé avec ses collaborateurs à procéder à un enrichissement des déchets par table à secousse.

Nous avons ainsi pu ramener des échantillons :

- ↪ Rejet déphosphoration (broyé et non broyé) ;
- ↪ Rejet spiral (broyé et non broyé) ;
- ↪ Rejet liqueur dense (broyé et non broyé).

En fin, pour nous permettre destiné les qualités potentielles de ses différents types des déchets, elle nous a communiqué à titre indicatif des données relatives aux différents mois de l'année 2013.

Nous sommes actuellement en train d'exploiter les échantillons récoltés et données obtenues pour confirmer ou compléter les données que nous possédons à partir de nos deux mémoires précédents (Ingéniorat et DEA)

1) Rejet déphosphoration

Tableau n° 9 : Tonnage déphosphoration en 1994

Année 1994												
	Réal		Cumulé		Teneur en mois				Teneur cumulé			
	TH	TS	TH	TS	Cr ₂ O ₃	R	P	SiO ₂	Cr ₂ O ₃	R	P	SiO ₂
Alim	1233	1164	22968	22630	46,22	2,59	216	6,6	45,55	2,54	219	8,0
concentré	-	1047	-	17541	50,54	2,61	71	3,1	50,15	2,58	70	3,1
rejet	-	117	-	5089	28,47	2,50	843	4,6	24,36	2,42	695	24,4

Tableau n° 10 : Tonnage déphosphoration en 1994

Année 1995												
	Réal		Cumulé		Teneur en mois				Teneur cumulé			
	TH	TS	TH	TS	Cr ₂ O ₃	R	P	SiO ₂	Cr ₂ O ₃	R	P	SiO ₂
Alim	895	850	12629	12137	43,63	224	-	8,69	44,25	2,56	208	8,61
concentré	-	791	-	9556	50,16	63	3,23	50,22	50,22	2,63	58	3,63
rejet	-	59	-	2581	21,40	1433	4	49,70	21,70	-	752	27,61

2) Rejet spirale

Tableau n° 11 : Quantité de rejet laverie durant l'année 2013

Année 2013												
Mois	Jan	Fév.	Mar	Avril	Mai	Juin	Juil.	Aout	sept	Oct.	Nov.	Déc.
	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS
Quantité	9122	1237	6641	6906	6268	2187	6318	11741	10221	7751	6843	6146

Tableau n° 12 : Qualité du rejet laverie durant l'année 2013

Année 2013												
Mois	Jan	Fév.	Mar	Avril	Mai	Juin	Juil.	Aout	sept	Oct.	Nov.	Déc.
	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois
% Cr ₂ O ₃	16,98	17,15	19,72	21,06	18,56	12,28	16,14	15,29	16,18	16,88	14,38	14,10

Tableau n° 13 : Qualité du rejet laverie cumulé durant l'année 2013

Année 2013												
Mois	Jan	Fév.	Mar	Avril	Mai	Juin	Juil.	Aout	sept	Oct.	Nov.	Déc.
	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois
% Cr ₂ O ₃	16,98	17,00	18,15	18,99	18,90	18,45	18,07	17,42	17,21		16,65	16,46

D'où le pourcentage en Cr₂O₃ du rejet liqueur dense pour l'année 2013 est 16.46%

3) Rejet de liqueur dense

Tableau n°14 : quantité du rejet de liqueur dense année 2013

Année 2013												
Mois	Jan	Fév	Mars	Avril	Mai	Juin	Juil.	Aout	sept	Oct.	Nov.	Déc.
	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS	TS
Quantité	0	0	515	3370	5265	7869	6880	10417	7594	5929	7446	6146

Tableau n° 15 : Qualité du rejet liqueur dense durant l'année 2013

Année 2013												
Mois	Jan	Fév.	Mar	Avril	Mai	Juin	Juil.	Aout	sept	Oct.	Nov.	Déc.
	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois
% Cr ₂ O ₃	0	0	2,73	9,27	5,71	5,73	5,57	5,01	5,63	5,20	7,12	4,68

Tableau n° 16 : Qualité du rejet liqueur dense cumulée année 2013

Année 2013												
Mois	Jan	Fév.	Mar	Avril	Mai	Juin	Juil.	Aout	sept	Oct.	Nov.	Déc.
	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois	Mois
% Cr ₂ O ₃	0	0	2.73	8.41	6.90	6.34	6.12	5.77	5.74	5.67	5.87	5.79

D'où le pourcentage en Cr₂O₃ du rejet liqueur dense pour l'année 2013 est 5.79%

BIBLIOGRAPHIE

- ARISOA Cathy Rivah (2006-2007): Cours de minéralogie à l'E.S.P.A.
- C. Duval (1976) : Dictionnaire de la chimie et de ses applications 3ème édition.
- GIRAUD.P GUIGUE S.J.(1954) : Les gisements de chromite de Madagascar Mem. Inst. Rech. Sciebt. Madagascar.
- GUERANGE (1975) : Mission nord d'Andriamena ; étude structurale préliminaire, compte rendu sommaire de mission Rapp BRGM 75 TAN3, Tananarive.
- KRAOMA (1968) Etat de recherche et ébauche d'un programme complémentaire de reconnaissance dans la région de Bemanevika Ankazotaolana.
- LALANIRINAHASIMANANA Andry (2005) Contribution à l'audit environnementale de la société Kraomita malagasy, mémoire de fin d'études Mines E.S.P.A., 84 pages.
- MAMPIHAO (1999) : Synthèse sur la chromite de Madagascar, KRAOMA,
- MAURICE Fargeon (1992) : Technologie des métaux précieux, identification et récupération des métaux nobles à partir des déchets industriels ; Masson, Paris, Barcelone
- PAUL BAUD (1951) « Traité de chimie minérale industrielle » TOME II. Édition Masson
- RAFIDIJAONA Ravakiniaina (2004): Élaboration d'une méthode d'enrichissement des déchets issus de l'unité gravimétriques et de déphosphoration de la société déchets issus de l'unité gravimétriques et de déphosphoration de la société
- RAKOTOMANANA E.D (1996) : Potentiel des complexes mafiques ultramafiques de Madagascar, Institut national Polytechnique de Lorraine (INPL) et Centre de recherche Pétrographique et Géochimique (CRPG),
- RAKOTONDRAVALY Désiré (2002) : Etude de faisabilité d'exploitation des petites Gisements de chromite de la société Kraoma ; mémoire de fin d'étude d'ingénieurs mines E.S.P.A..
- RANARVELO Haja et MANGAVAO Clotilde (2003) : Contribution à l'étude de caractérisation et de valorisation des déchets d'exploitation et de traitement de la société KRAOMA Mémoire de fin d'étude en Génie chimique et Mines de l'E.S.P.A, 188 pages
- RANDRIANANTENAINA Heriniaina Vincent Christopher Arthur(2010): « Contribution à l'étude de Valorisation des déchets de chromite d'Andriamena par voie nitrique ».Mémoire de fin d'étude en Sciences des Matériaux, ESPA, 148 pages
- RASOLOMANANA Eddy (2006-2007) Cours environnement minier à l'E.S.P.A

WEBOGRAPHIE

<http://www.ac-nancy-metz.fr/enseign/Physique/chim/FDS/FDS30.htm>(danger)

<http://french.alibaba.com/product-gs/na2so4-288157262.html>

<http://www.bossons-fute.com/Smr/acidechromique.php> (acide chromique)

[http://www.ccp.scei-concours.org/html/cpge/sujet/2005/pc/PC Chimie 1 2005.pdf](http://www.ccp.scei-concours.org/html/cpge/sujet/2005/pc/PC_Chimie_1_2005.pdf) (CrO₃)

http://www.inrs.fr/htm/chrome_sanguin.html(prix et synonyme)

[http://www.inrs.fr/htm/trioxyde de chrome.html](http://www.inrs.fr/htm/trioxyde_de_chrome.html) (CrO₃)

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE.....	1
Chapitre I : Présentation générale du projet dans les missions de l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo(ESPA)	2
I. Mission de l'ESPA.....	2
II. Présentation générale du projet.....	2
II.1 : Historique et objectifs du projet	2
II.1.1: Historique	2
II.1.2: Objectifs	2
II.2 : Méthodologie	3
Chapitre II : TRAVAUX EFFECTUE DURANT LE STAGE	4
I. Travaux de laboratoire.....	4
II. Descente sur terrain	4
III. Enquêtes technico-économiques diverses	4
CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	5
ANNEXES	A
Annexe I: Présentation générale de l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo	
Annexe II: Travaux du laboratoire.....	E
Annexe III: DESCENTE SUR TERRAIN.....	N

Selon le canevas utilisé par l'établissement, en accord avec l'Encadreur académique

AVEC :

Appréciation des Encadreur Professionnels

Monsieur RAKOTOARIVONIZAKA Ignace


Monsieur ANDRIAMALALA Mbola Prospère

Appréciation de l'Encadreur Académique

Bon travail E. Rakotomaria
Professeur RAKOTOMARIA Etienne