



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

« La comparaison de la méthode de minéralisation chlorhydrique des échantillons sur tel quel à celle sur le surnagent sans minéralisation »

Présenté par :

◆ **ALILICH IKRAM**

Encadré par :

- ◆ **Mr S. Kounbach (Société)**
- ◆ **Pr A. Bouayad (FST)**

Soutenu le 14 Juin 2012 devant le jury composé de :

- ◆ **Pr. Bouayad Abdessalam (FST)**
- ◆ **Pr. Bouayad Abdelouahed (FST)**
- ◆ **Pr. Sqalli Wafae (FST)**

**Stage effectué à l'office chérifien des phosphates de
Jorf Lasfar (O.C.P)**

Année Universitaire 2011 / 2012

Remerciement

Au terme de ce travail, je tiens à exprimer mes vifs remerciements à Monsieur le directeur de MAROC phosphore III et IV JORF LASFAR, et à **Mr H. BOUDDOU** chef de service de laboratoire central.

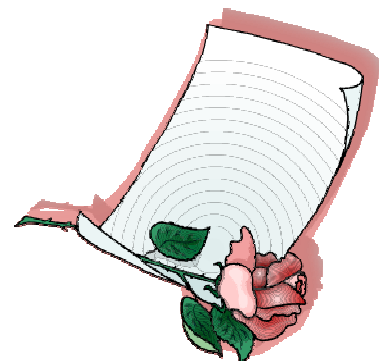
Je tiens d'abord à exprimer nos profondes gratitude à la direction des industries chimiques qui m'a permis d'effectuer ce stage.

Je remercie mon encadrant **Mr KOUNBACH** de m'avoir facilité la tâche pour mener mon stage au sein du laboratoire central dans des conditions favorables, aussi pour l'intérêt constant qu'il m'a transmis et pour avoir accepté de m'encadrer.

Mes sincères remerciements les chefs responsables et les agents du laboratoire central ainsi que tous les membres du secrétariat technique pour leur aide et la contribution à l'élaboration de ce rapport.

En fin, Je tiens à remercier tout particulièrement **Mr. ABDESSALAM BOUAYAD** professeur et encadrant de ce stage pour l'aide et les conseils et les missions évoquées dans ce rapport, qu'il m'a apporté des différents suivis

je remercie tous ceux qui m'en permis de bien mener ce stage.



Introduction	1
Présentation de l'office Chérifien des phosphates de Jorf Lasfar	3
I. Présentation du groupe office chérifien des phosphates.....	4
II. Présentation du pôle « Maroc Phosphore Jorf Lasfar ».....	4
III. Domaine d'activité	5
IV. Présentation du Laboratoire Central et Organisation	6
V. Gravimétrie	12
VI. Production d'acide phosphorique	13
Méthode d'analyse d'acide phosphorique	15
A_ Le phosphore.....	16
a) Les différentes formes du phosphore	16
b) Utilisation	16
c) Propriétés Physiques	17
d) Propriétés chimiques	17
B_ Analyses de % P₂O₅ avec et sans attaque chlorhydrique	18
1) Analyses de % P ₂ O ₅ avec attaque chlorhydrique	18
2) Analyses de % P ₂ O ₅ sans attaque chlorhydrique.....	19
3) les résultats	20
C_ Détermination du taux de solides par centrifugation	22
D_ Récapitulation	25
E_ Modélisation	26
F_ Interprétation des résultants	26
Conclusion	27
Bibliographie	28

Introduction

Le stage dans une industrie, constitue un élément primordial dans la formation de chaque étudiant, parce qu'il lui permet de mieux connaître le milieu du travail, d'améliorer ses connaissances dans le domaine industriel et de renforcer ses acquis théoriques.

C'est dans ce contexte que j'ai préparé mon projet de fin d'étude à l'Office Chérifien des Phosphates « **OCP** » d'El-Jadida, qui est l'un des supports les plus importants de l'industrie chimique marocaine, ce qui m'a permis de bien appliquer mon savoir faire acquis durant la formation en Génie Chimique à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès.

Mon rapport fera l'objet :

- D'une part sur la présentation générale de **L'OCP**
- et d'autre part sur une étude de comparaison de la méthode de minéralisation chlorhydrique des échantillons sur tel quel à celle sur le surnagent sans minéralisation en tenant compte du taux de solide»

L'intérêt d'éliminer l'attaque chlorhydrique c'est :

- le coût de l'acide chlorhydrique
- La sécurité du personnel pendant la manipulation (les gaz, la toxicité ...)
- Eviter presque 500 ml pour chaque échantillon qui sera rejeté

Le choix de la méthode d'analyse doit tenir compte de la nature des résultats recherchés. A cela, il faut bien ajouter les besoins associés à **la cadence** des analyses ainsi que **le coût**.

Présentation de l'office Chérifien des phosphates de Jorf Lasfar



I. Présentation du groupe office chérifien des phosphates.

L'Office Chérifien des Phosphates fut créé le 7 août 1920 par dahir, le dahir réservera à l'état tous les droits de recherche et d'exploitation du phosphate, ainsi que le monopole des ventes de ce minerai sur le marché. L'exploitation effective du minerai ne fut entreprise qu'en 1921 dans la région d'Oued Zem, dès cette période, l'OCP a connu une très vive expansion sans relâche grâce à la qualité du minerai extrait et à l'appréciation des pays demandeurs.

L'OCP a commencé une très large industrialisation avec son activité et a créé des usines pour les dérivées du phosphates (acide phosphorique, fertilisants, etc....), ce qui constituera le noyau du groupe OCP.

Le groupe OCP livre aux cinq continents de la planète; ses exportations représentent 25 à 30% du commerce international du phosphate et de ses dérivés présent dans cinq zones géographiques du pays 3 sites d'exportations minières: Khouribga Youssoufia, Boucraa-Laayoun et deux sites de transformation chimique: Jorf Lasfar et Safi qui constituent un secteur de développement régional et national important.

II. Présentation du pôle « Maroc Phosphore Jorf Lasfar »

Situé sur le littoral atlantique, à 20 km au sud-ouest d'El Jadida, le complexe industriel de Jorf Lasfar a démarré sa production en 1986. Cette nouvelle unité a permis au Groupe OCP de doubler sa capacité de valorisation des phosphates. Le site a été choisi pour ses multiples avantages : proximité des zones minières, existence d'un port profond, disponibilité de grandes réserves d'eau et présence de terrains pour les extensions futures.

Cet ensemble, qui s'étend sur 1.700 hectares, permet de produire chaque année 2 millions de tonnes P_2O_5 sous forme d'acide phosphorique, nécessitant la transformation de 7,7 millions de tonnes de phosphates extraits des gisements de Khouribga, 2 millions de tonnes de soufre et 0,5 million de tonnes d'ammoniac. Les besoins en énergie du complexe sont satisfaits par une centrale de 111 MW utilisant la chaleur de récupération.

Une partie de la production est transformée localement en engrais DAP, MAP,

éventuellement NPK et TSP, ainsi qu'en acide phosphorique purifié. L'autre partie est exportée sous forme d'acide phosphorique marchand via les installations portuaires locales.

Le complexe de Jorf Lasfar compte trois unités, dont Maroc Phosphore III-IV créés en 1986. Avec la construction de l'usine Emaphos en 1997, en partenariat avec Prayon (Belgique) et CFB (Allemagne), le Groupe OCP a inauguré une nouvelle ère dans la diversification de ses produits finis par la production d'un acide à haute valeur ajoutée : l'acide phosphorique purifié. Deux ans plus tard, la mise en service d'Imacid, en partenariat avec le Groupe indien Birla, lui a permis d'accroître sa capacité de production d'acide phosphorique de 25% sur le site de Jorf Lasfar.

III. Domaine d'activité

- **Production d'acide sulfurique**

Il est utilisé par les industries chimiques comme agent d'attaque des phosphates minéraux au cours de la fabrication d'acide phosphorique. Le reste, en moindre quantité, sert à la fabrication des engrais azotés.

- **Production d'acide phosphorique**

L'acide phosphorique est essentiellement obtenu par la réaction du phosphate broyé avec l'acide sulfurique (procédé par voie humide). Sous forme de cristaux à température ambiante, ce produit entre dans la composition des engrais, mais est également utilisé par de nombreux secteurs industriels : traitement de surface des métaux, industrie pharmaceutique et de la fermentation, traitement des eaux usées, produits de nettoyage, cosmétiques ...

- **Production des engrais**

Les engrais sont des produits azotés utilisés dans le domaine agricole comme produit de base pour enrichir le sol et donner aux plantes leurs besoins en azote, potassium, phosphate et autres éléments nécessaires pour leur croissance. Ils occupent une très grande partie dans l'industrie mondiale et une valeur importante dans le développement agricole.



- **Production d'électricité**

Au cours de la fabrication d'acide sulfurique, la réaction exothermique de combustion de soufre, libère une grande quantité d'énergie, cette énergie est utilisée pour produire de la vapeur d'eau qui sert à actionner les turbosoufflantes des ateliers sulfurique et les alternateurs de la centrale thermique (production d'électricité).

IV. Présentation du Laboratoire Central et Organisation

Il s'agit d'un service rattaché à la direction logistique et ressources de Maroc Phosphore III et IV de Jorf Lasfar. Il a pour mission générale de contribuer à la réalisation, au moindre coût, des objectifs de la direction par les prestations fournies dans le domaine de la qualité des produits et de l'environnement.

La personne morale, juridiquement responsable du laboratoire central est la Société Maroc Phosphore ; filiale du Groupe OCP.

Il dispose des cellules suivantes :

- ✿ Une cellule technique composée des sections techniques.
- ✿ Une cellule de gestion.
- ✿ Une cellule métrologique.
- ✿ Une cellule de coordination du système de management de l'environnement.

1 .CELLULE TECHNIQUE

Elle comprend les sections techniques qui ont pour mission d'effectuer, pour le compte de différents ateliers de Maroc Phosphore Jorf Lasfar, IMACID et EMAPHOS, des analyses chimiques, physiques, granulométriques et environnementales. On cite les compartiments suivants :

a)Section« phosphorique »et la section « phosphates et engrais »

Ces sections réalisent les analyses physico-chimiques des phosphates, des acides phosphoriques et des engrais nécessaires pour le bon fonctionnement des ateliers phosphoriques et des engrais de Maroc phosphore Jorf Lasfar et de l'atelier phosphorique d'IMACID, ainsi que les analyses granulométriques des phosphates et des engrais.

Ces deux sections réalisent également toutes les analyses de l'acide phosphorique et des engrais exportés.

b) Section « fusion, utilités et sulfurique »

Cette section à la charge de réaliser les analyses nécessaires aux ateliers sulfuriques, centrales et traitement des eaux de Maroc phosphore Jorf Lasfar et d'IMACID.

Les échantillons analysés peuvent être soit de l'acide sulfurique, du soufre et des eaux des ateliers sulfuriques, de traitement des eaux soit des condensats de la centrale thermique.

c) Section « analyses environnementales »

- En outre, cette section assure le suivi des émissions gazeuses et des rejets liquides et solides de tout l'ensemble industriel de Jorf Lasfar.

d) Section « prétraitement et EMAPHOS »

Cette section réalise le contrôle et le suivi des produits de l'unité de prétraitement et de l'usine d'EMAPHOS. Elle effectue des analyses physico-chimiques et granulométriques de ces ateliers.

Par ailleurs, pour chaque section technique, on effectue :

- la réception des échantillons,
- la préparation des échantillons
- la préparation des réactifs et des étalons
- la granulométrie pour les phosphates et les engrais

Les prestations effectuées par le laboratoire central sont réalisées pour des clients internes, qui sont les différents ateliers et services du pôle chimie.

Parfois, le laboratoire central effectue des prestations pour des clients externes soit du groupe OCP ou autre.

Différents équipements sont ainsi utilisés pour la réalisation de ces analyses à savoir :

- ✓ les spectromètres à plasma (ICP)

- ✓ les spectrophotomètres d'absorption atomique
- ✓ les analyseurs automatiques du P₂O₅ et du carbone organique
- ✓ les spectrophotomètres UV-visible
- ✓ les pH-mètres, les conductimètres, les ionomètres, les potentiomètres, les densimètres automatiques, les turbidimètres, etc.
- ✓ les balances, les étuves, les fours, les plaques chauffantes, etc.

2. CELLULE DE GESTION

Elle est chargée :

- ↪ -de l'élaboration des budgets d'investissement
- ↪ -de l'élaboration des cahiers de charges de matériels
- ↪ -de la réception de matériels
- ↪ -du suivi et la gestion de matériel reçu
- ↪ -de l'élaboration des expressions des besoins pour l'approvisionnement en produits consommables
- ↪ -de la réception de produits chimiques et matériels consommables
- ↪ -du suivi et la gestion de matériel consommable reçu
- ↪ -l'élaboration et le suivi des besoins en personnel en coordination avec le service gestion du personnel du PCJ
- ↪ -l'expression des besoins en formation, en coordination avec le responsable technique du laboratoire
- ↪ -le suivi des mouvements du personnel (planning des congés, pointage, absence....)

3. CELLULE DE METROLOGIE

Elle est assurée par le responsable de métrologie, qui est responsable du suivi métrologique en collaboration avec le correspondant de métrologie.

4. CELLULE DE COORDINATION DU SME

Elle est assurée par le représentant de la direction du Système de Management de l'Environnement (SME) qui est responsable de la maîtrise et du suivi des aspects

environnementaux au sein du laboratoire central conformément aux exigences du référentiel ISO14001. La coordination de cette cellule est assurée par le coordinateur du SME au sein du laboratoire.

Les analyses environnementales sont assurées par la cellule technique, qui transmet les résultats à la cellule de coordination du SME. Cette dernière se charge de leur diffusion auprès des concernés.

Méthodes et techniques d'analyses utilisées au laboratoire :

Les principales techniques d'analyses utilisées au laboratoire central sont :

- **La volumétrie** (Dureté, Taux d'alcalinité, Oxygène dissous, Acidité, la chaux, Azote ammoniacal,...)
- **La gravimétrie** (Taux de poussières, Humidité, Cendres, Taux de solide, Eau de cristallisation,...)
- **La potentiométrie** (Fluorure, Chlorure, pH, Conductivité...)
- **Analyses spectrales** (Eléments à l'état de trace, titre en P₂O₅, sulfates, etc....)
- *D'autres (aéromètres, tamisage,...)*

Les différents équipements sont ainsi utilisés pour la réalisation de ces analyses à savoir :

- **les spectromètres à plasma (ICP)**
- **les spectrophotomètres d'absorption atomique**
- **les analyseurs automatiques du P₂O₅ et du carbone organique**
- **les spectrophotomètres UV visible**
- **les PH-mètres, les conductimètres, les ionomètres, les potentiographes, les densimètres automatiques, les turbidimètres, etc.**
- **les balances, les étuves, les fours, les plaques chauffantes, etc.**

L'appareil que j'ai souvent utilisé c'est le Spectrophotométrie A FLUX CONTINU

Le spectrophotomètre à flux continu

Le spectrophotomètre automatisé à flux continu de marque **SKALAR** est composé du spectrophotomètre en soi, de même qu'un passeur d'échantillons automatisé (*auto sampler*) d'une pompe, d'un manifold pour le dosage de l'anhydride phosphorique (P_2O_5) muni d'un filtre à 430 nm et un système d'acquisition des données couplées à un ordinateur.

Les échantillons sont prélevés et injectés dans le spectrophotomètre en continu, chacun d'eux étant séparé par une bulle d'air. Le dosage s'effectue par des réactions colorimétriques utilisant des réactifs spécifiques (absorbance) qui sont comparées à des courbes de calibration.

Domaine d'application :

Cette méthode est appliquée pour les phosphates minéraux naturels, acides phosphoriques 54% et 29%, engrais phosphatés et le gypse ,presque toutes les matrices dont les teneurs en P_2O_5 varient 0.5et 60%.

Loi de Beer-Lambert :

L'absorption d'un faisceau lumineux monochromatique dans un milieu homogène et isotrope est proportionnelle à la longueur du trajet optique suivi par cette radiation et la concentration, en solution, ou la pression partielle, en phase gazeuse, des espèces absorbantes.

La loi de Beer-Lambert peut s'exprimer ainsi :

$$I = I_0 \cdot e^{-\alpha l C}$$

Ou encore :

$$A_\lambda = -\log_{10} \frac{I}{I_0} = \epsilon_\lambda \cdot l \cdot C.$$

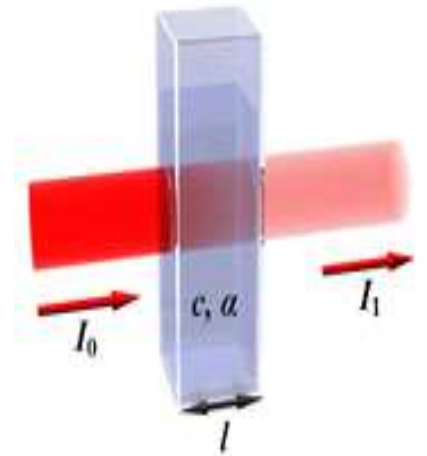
- I / I_0 est la transmittance de la solution (sans unité).
- A est l'absorbance ou densité optique à une longueur d'onde λ (sans unité).
- ϵ est le coefficient d'extinction molaire (en $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$).

Il dépend de la longueur d'onde, la nature chimique de l'entité et la température.

- l est la longueur du trajet optique dans la solution traversée

Elle correspond à l'épaisseur de la cuve utilisée (en cm).

- C est la concentration molaire de la solution (en $mol \cdot L^{-1}$).



Dans le cas d'un gaz, C peut être exprimée comme une densité (Unités de longueur réciproque au cube, cm^{-3}).

- Cette équation est très utile pour la chimie analytique. En effet, si ℓ et ϵ sont connus, la concentration d'une substance peut être déduite de la quantité de lumière transmise par elle.



V. Gravimétrie

Principe de la gravimétrie

Cette méthode d'analyse quantitative a pour but d'obtenir une séparation quantitative (c'est-à-dire totale) d'un cation ou d'un anion (en solution aqueuse) par précipitation sélective d'un sel insoluble. La méthode consiste à transformer une espèce soluble en un composé insoluble, dans un milieu déterminé le précipité formé est pesé ce qui permet de quantifier l'espèce soluble dans le milieu de départ.

L'espèce chimique aura les propriétés suivantes :

- elle ne sera pas soluble dans le milieu réactionnel.
- elle ne devra pas absorber d'autres ions, ni une quantité inconnue de solvant.
- pour faciliter la filtration, donc son isolation, elle devra bien cristalliser.

VI. Production d'acide phosphorique

L'acide phosphorique est le principal dérivé de la chimie du phosphore, il tient son importance du fait qu'il est utilisé dans plusieurs procédés, notamment, dans les engrais, les détergents, l'alimentation animale, les insecticides, les huiles, les lubrifiants, etc.

L'acide phosphorique peut être fabriqué à partir des phosphates naturels suivant deux Procédés :

Procédés de base :

- Par voie thermique en oxydant le phosphore.
- Par voie humide en procédant à une attaque des phosphates par l'acide.

Les acides utilisés pour la fabrication de l'acide phosphorique sont les grands acides minéraux ; soient les acides nitriques, chlorhydriques ou sulfuriques. Néanmoins, l'acide sulfurique demeure le plus utilisé car non seulement son prix est moindre, mais ses produits de la réaction soient l'acide phosphorique et le gypse peut être séparés facilement et d'autre part, l'emploi de cet acide engendre des frais d'entretien moindres.

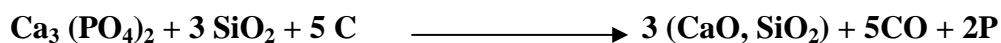
Dans les deux procédés la majorité des problèmes rencontrés sont liés aux impuretés contenues dans le phosphate.

Procédé thermique

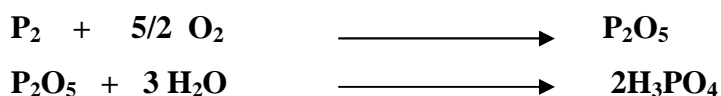
Le procédé thermique permet d'oxyder le phosphore dans des fours électriques pour obtenir l'anhydride phosphorique P_2O_5 qui est ensuite hydraté en acide phosphorique, la charge du procédé est constituée par :

- Des minerais de phosphate tricalcique broyé, tamisé, et séché.
- Du coke séché jusqu'à une teneur en humidité résiduelle de 1%, et alimenté en léger excès par rapport aux conditions strictes.
- De la silice sous forme de quartzite tamisé, ajouté en quantité telle que le rapport (SiO_2/CaO) soit compris entre 0.8 et 1, le phosphate tricalcique est réduit en Mono-calcique par chauffage à haute température dans un four électrique.

L'équation de réaction est :



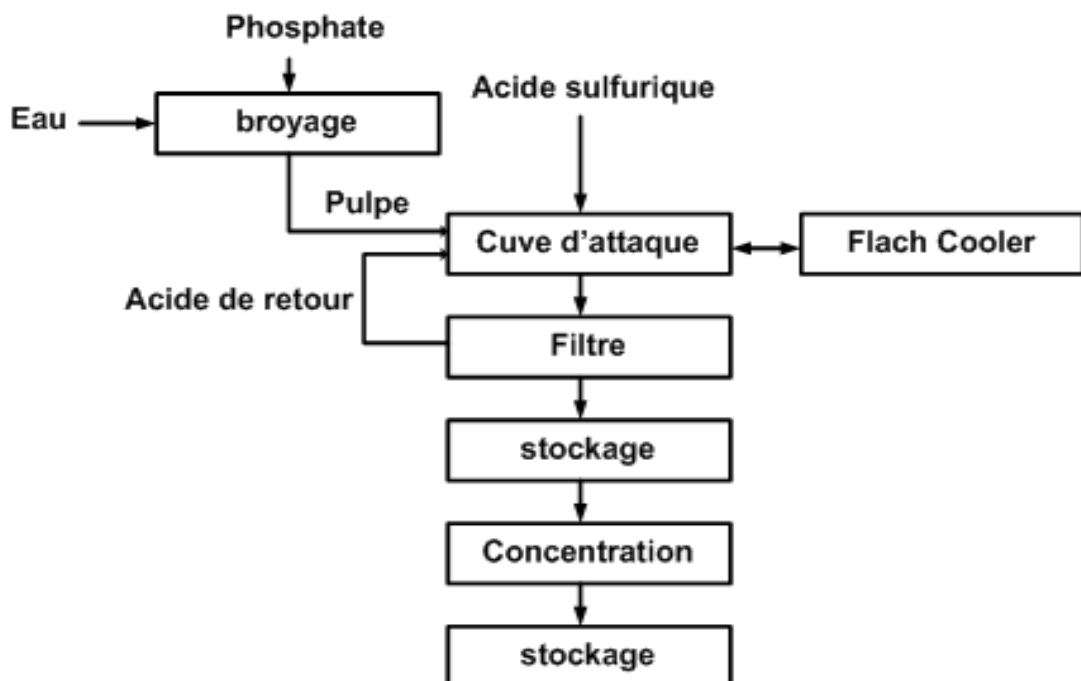
Le four travaille à pression légèrement supérieur à la pression atmosphérique et la température atteint 1450 à 1500 °C.



Ces procédés ont l'avantage de produire un acide de très bonne qualité, mais avec un coût énergétique élevé.

Le procédé humide

Il est basé sur l'attaque du phosphate broyé par l'acide sulfurique avec formation de l'acide phosphorique et de sulfate de calcium qui précipite. Ce procédé qui est le plus utilisable pour produire H_3PO_4 , nécessite :



Méthode d'analyse d'acide phosphorique

A_ Le phosphore

e) Les différentes formes du phosphore

Le phosphore à l'état solide présente plusieurs variétés **allotropiques** dont : le phosphore blanc, le phosphore rouge, le phosphore noir.

Le phosphore blanc : est obtenu lorsque la vapeur est condensée à l'état liquide et que le liquide est ensuite solidifié ; c'est la forme solide la plus commune et la plus réactive du phosphore élémentaire. Il est alors très toxique, fond vers 44 ° C et à une masse volumique de 1830 kg*m³.

Le phosphore rouge : est obtenu par chauffage du phosphore blanc à température modérée : 200°C - 300°C. Non toxique, il est utilisé comme amorce pour les allumettes.

Le phosphore noir: existe sous deux formes: la variété cristalline de masse volumique élevée (2690 kg.m³) et une variété amorphe intermédiaire (2250 kg*m³). La transformation du phosphore blanc en phosphore noir est pratiquement instantanée à haute température et haute pression.

Du point de vue thermodynamique, le phosphore noir cristallisé est la forme la plus stable de cet élément.

f) Utilisation

L'acide phosphorique est utilisé :

- A 90 % dans la fabrication des engrais.
- Pour fabriquer des phosphates alimentaires.
- Pour fabriquer des tripolyphosphates (lessives), 3 % de la consommation mondiale d'acide phosphorique.
- Dans les traitements de surface des métaux : phosphatation.
- Dans l'industrie pharmaceutique et de la fermentation.
- Dans le traitement des eaux usées.
- Comme produits de nettoyage.

g) Propriétés Physiques

A la température ordinaire, l'acide phosphorique pur est un produit cristallisé incolore, soluble dans l'eau.

Les solutions de l'acide phosphorique se présentent sous forme de liquides visqueux et incolores.

Caractéristiques Physiques :

Les principales caractéristiques physiques sont :

- Masse molaire : 98,00g/mol.
- Point de fusion : 42,4°C.
- Point d'ébullition : 260°C (sous pression atmosphérique)
- Densité : 1,864 à 25°C.

h) Propriétés chimiques

Sous l'action de la chaleur, l'acide phosphorique perd de l'eau à partir de 160°C. Il réagit énergiquement avec les bases et notamment avec la chaux, il peut y avoir une inflammation ou une explosion avec les nitrates, les chlorates, le carbonate de calcium.

Les métaux ferreux, le zinc, l'aluminium sont attaqués par l'acide phosphorique avec libération d'hydrogène.

L'acier inoxydable, le cuivre, le bronze, le laiton, certaines matières plastiques, le caoutchouc, résistent à l'acide phosphorique même concentré à la température ordinaire. A des températures supérieures à 80°C, seuls résistent parfaitement le verre, l'ébonite, le carbone et les matières réfractaires anti-acides.

Introduction

Dans cette partie, on tendra à trouver un modèle mathématique pour faire une corrélation entre % de P_2O_5 avec et sans attaque chlorhydrique, suite à un ensemble d'essais empiriques qui ont été réalisés, pour pouvoir traduire certains besoins en terme de performances en fonction des données disponibles.

B_ Analyses de % P_2O_5 avec et sans attaque chlorhydrique

1) Analyses de % P_2O_5 avec attaque chlorhydrique

L'objet c'est la détermination de la teneur en P_2O_5 dans l'acide phosphorique 54% en effectuant une attaque par l'acide chlorhydrique.

Le rôle de l'acide chlorhydrique c'est d'une part la solubilisation de la matière solide contenue dans l'acide phosphorique H_3PO_4 , d'autre part la libération de l'ortho-phosphate qui en présence du vanadate V_2O_5 et la molybdate MnO_4 en milieu acide, donne un complexe jaune dont longueur d'onde est 430 nm.

Ainsi on peut connaître la teneur en anhydride phosphorique (P_2O_5) à l'aide d'un appareil à flux continu : SKALAR.

Echantillon

On a travaillé sur des échantillons aléatoires d'acide phosphorique 54%.

Appareillage :

- Matériel de laboratoire courant.
- Fioles jaugées de (1000 ± 0.4) ml pour la préparation des solutions standards.
- Balance de précision étalonnée de poids maximal 220 g.
- Flacons en PVC.
- Auto analyseur, équipé d'un passeur d'échantillon, d'une pompe, d'un manifold pour le dosage de l'anhydride phosphorique, d'un filtre à 430 nm et d'un système d'acquisition des données SKALAR couplé à un ordinateur.

On agite bien le flacon contenant l'acide à analyser, on pèse avec précision à 1mg près environ 0.5 g d'acide 54%.

On met l'échantillon dans un bêcher de 100 ml, on ajoute 15 ml de HCl, on Porte à ébullition (1^{ère} ébullition), puis on laisse refroidir, on transvase dans des fioles jaugées de 500 ml, on amène au trait de jauge puis on agite manuellement pour bien homogénéiser.

On met les échantillons dans des godets avant de les mettre dans l'appareil SKALAR qui va mesurer le taux de P_2O_5 .

2) Analyses de % P_2O_5 sans attaque chlorhydrique

La méthode sans attaque chlorhydrique donne de bons résultats et économise l'acide chlorhydrique et en plus c'est une méthode sécurisée vu le dégagement toxique lors de l'attaque par l'HCL

Après une centrifugation on prend que le surnageant de l'acide phosphorique on pèse avec précision dans un bêcher de 100 ml à 1mg près environ 0.5 g d'acide 54%, on transvase dans des fioles jaugées de 500 ml, on amène au trait de jauge puis on agite manuellement pour bien homogénéiser.

On met les échantillons dans des godets avant de les mettre dans l'appareil SKALAR qui va mesurer le taux de P_2O_5

Echantillon:

On a travaillé sur des échantillons aléatoires d'acide phosphorique où on a éliminé la matière solide par centrifugation, pour qu'il n'y'aura pas d'influence de taux de solide sur les résultats obtenues.

3) les résultats

Les résultats obtenus après l'analyse du % P₂O₅ avec attaque chlorhydrique sont :

<i>DATE</i>	<i>%P205 A,A</i>
<i>17-avr</i>	<i>49,67</i>
<i>17-avr</i>	<i>49,83</i>
<i>18-avr</i>	<i>50,45</i>
<i>18/04/2012</i>	<i>50,87</i>
<i>19-avr</i>	<i>50,22</i>
<i>19-avr</i>	<i>50,14</i>
<i>20-avr</i>	<i>48,75</i>
<i>20-avr</i>	<i>50,69</i>
<i>23-avr</i>	<i>53,11</i>
<i>23-avr</i>	<i>52,03</i>
<i>24-avr</i>	<i>52,44</i>
<i>24-avr</i>	<i>50,96</i>
<i>25-avr</i>	<i>49,4</i>
<i>25-avr</i>	<i>49,98</i>
<i>26-avr</i>	<i>49,7</i>
<i>26-avr</i>	<i>49,5</i>
<i>30-avr</i>	<i>49,05</i>
<i>30-avr</i>	<i>49,15</i>

<i>DATE</i>	<i>%P205 A,A</i>
<i>02-mai</i>	<i>50,47</i>
<i>02-mai</i>	<i>52,61</i>
<i>03-mai</i>	<i>52,08</i>
<i>03-mai</i>	<i>52,61</i>
<i>08-mai</i>	<i>53,22</i>
<i>08-mai</i>	<i>50,56</i>
<i>09-mai</i>	<i>50</i>
<i>09-mai</i>	<i>49,07</i>
<i>10-mai</i>	<i>51,36</i>
<i>10-mai</i>	<i>51,03</i>
<i>14-mai</i>	<i>52,28</i>
<i>14-mai</i>	<i>50,24</i>
<i>15-mai</i>	<i>51,28</i>
<i>15-mai</i>	<i>53,38</i>
<i>16-mai</i>	<i>51,83</i>
<i>16-mai</i>	<i>52,74</i>
<i>17-mai</i>	<i>50,96</i>
<i>17-mai</i>	<i>49,09</i>

Ces résultats montrent que les valeurs obtenues sont dans les normes

La norme du % de P₂O₅ 54% est entre 45% et 54%

NB : A.A : avec attaque chlorhydrique.

Les résultats obtenue après l'analyses de % P_2O_5 sans attaque chlorhydrique sur surnageant de l'acide phosphorique sont

DATE	%P205 du surnageant S.A
17-avr	50,81
17-avr	51,14
18-avr	51,68
18-avr	52,51
19-avr	51,06
19-avr	52,14
20-avr	49,76
20-avr	51,57
23-avr	53,88
23-avr	52,98
24-avr	52,46
24-avr	51,01
25-avr	50,74
25-avr	51,01
26-avr	50,54
26-avr	50,71
30-avr	50,91
30-avr	50,97

DATE	%P205 du surnageant S.A
02-mai	51,43
02-mai	53,51
03-mai	53,74
03-mai	53,59
08-mai	54,01
08-mai	52,43
09-mai	51,41
09-mai	51,09
10-mai	53,67
10-mai	53,13
14-mai	54,84
14-mai	52,43
15-mai	53,21
15-mai	54,69
16-mai	54,41
16-mai	54,47
17-mai	52,41
17-mai	50,17

On remarque bien que les % de P_2O_5 obtenues dans l'analyse sans attaque sont supérieurs a ceux avec attaque cela est du a la présence du taux de solide car il influence inversement le % de P_2O_5 .

NB : S.A : sans attaque chlorhydrique.

C_ Détermination du taux de solides par centrifugation

- **Principe :**

L'acide est centrifugé, les matières solides retenues sont lavées afin d'éliminer l'acide phosphorique d'imprégnation, séchées puis pesés.

- **Domaine d'application :**

Acides phosphoriques à teneurs variables.

- **Réactifs :**

Alcool méthylique ou acétone.

- **Appareillage :**

- Centrifugeuse avec porte-tube-2000 t/mn
- Etuve réglée à 60°C
- Matériels courant de laboratoire.

- **Mode opératoire :**

- Peser le tube à centrifuger préalablement séché, soit T_0 ;
- Bien homogénéiser l'échantillon d'acide phosphorique ;
- Introduire une masse M_0 dans le tube et le peser ;
- Centrifuger à 2000 t/mn pendant 15mn ;
- Eliminer le surnageant ;
- Laver le précipité à l'acétone ;
- Centrifuger à 2000t/mn pendant 10min ;
- Eliminer le surnageant
- Laver le précipité à l'acétone (répéter l'opération du lavage 3 fois)
- Sécher le précipité dans un étuve de 60°C pendant 4 heures ;
- Laisser refroidir dans un dessiccateur ;
- Peser, soit M_1 ;

Expression des résultats

$$\text{Solide (\%)} = (M_1 - T_0 / M_0 - T_0) * 100$$

Avec :

M_0 = masse de la prise d'essai en grammes de l'acide phosphorique

M_1 = masse finale contenue dans le tube à essai.

T_0 = masse du tube à essai vide en grammes.



Les résultats obtenus sont

<i>DATE</i>	<i>T,S</i>
<i>17-avr</i>	<i>4,05</i>
<i>17-avr</i>	<i>4,11</i>
<i>18-avr</i>	<i>3,15</i>
<i>18/04/2012</i>	<i>3,36</i>
<i>19-avr</i>	<i>3,51</i>
<i>19-avr</i>	<i>5,01</i>
<i>20-avr</i>	<i>2,81</i>
<i>20-avr</i>	<i>3,21</i>
<i>23-avr</i>	<i>2,22</i>
<i>23-avr</i>	<i>2,61</i>
<i>24-avr</i>	<i>2,81</i>
<i>24-avr</i>	<i>2,91</i>
<i>25-avr</i>	<i>4,22</i>
<i>25-avr</i>	<i>2,86</i>
<i>26-avr</i>	<i>3,08</i>
<i>26-avr</i>	<i>3,11</i>
<i>30-avr</i>	<i>3,21</i>
<i>30-avr</i>	<i>3,05</i>

<i>DATE</i>	<i>T,S</i>
<i>02-mai</i>	<i>2,65</i>
<i>02-mai</i>	<i>2,47</i>
<i>03-mai</i>	<i>3,42</i>
<i>03-mai</i>	<i>2,69</i>
<i>08-mai</i>	<i>2,28</i>
<i>08-mai</i>	<i>3,54</i>
<i>09-mai</i>	<i>2,89</i>
<i>09-mai</i>	<i>3,21</i>
<i>10-mai</i>	<i>4,23</i>
<i>10-mai</i>	<i>3,17</i>
<i>14-mai</i>	<i>4,52</i>
<i>14-mai</i>	<i>4,16</i>
<i>15-mai</i>	<i>4,79</i>
<i>15-mai</i>	<i>2,42</i>
<i>16-mai</i>	<i>3,47</i>
<i>16-mai</i>	<i>2,86</i>
<i>17-mai</i>	<i>2,91</i>
<i>17-mai</i>	<i>5,99</i>

Ses résultats sont dans les normes (entre 2% et 6%)

La norme du taux de solide dans l'acide phosphorique 54% est : entre 2% et 6%

NB : T.S : taux de solide

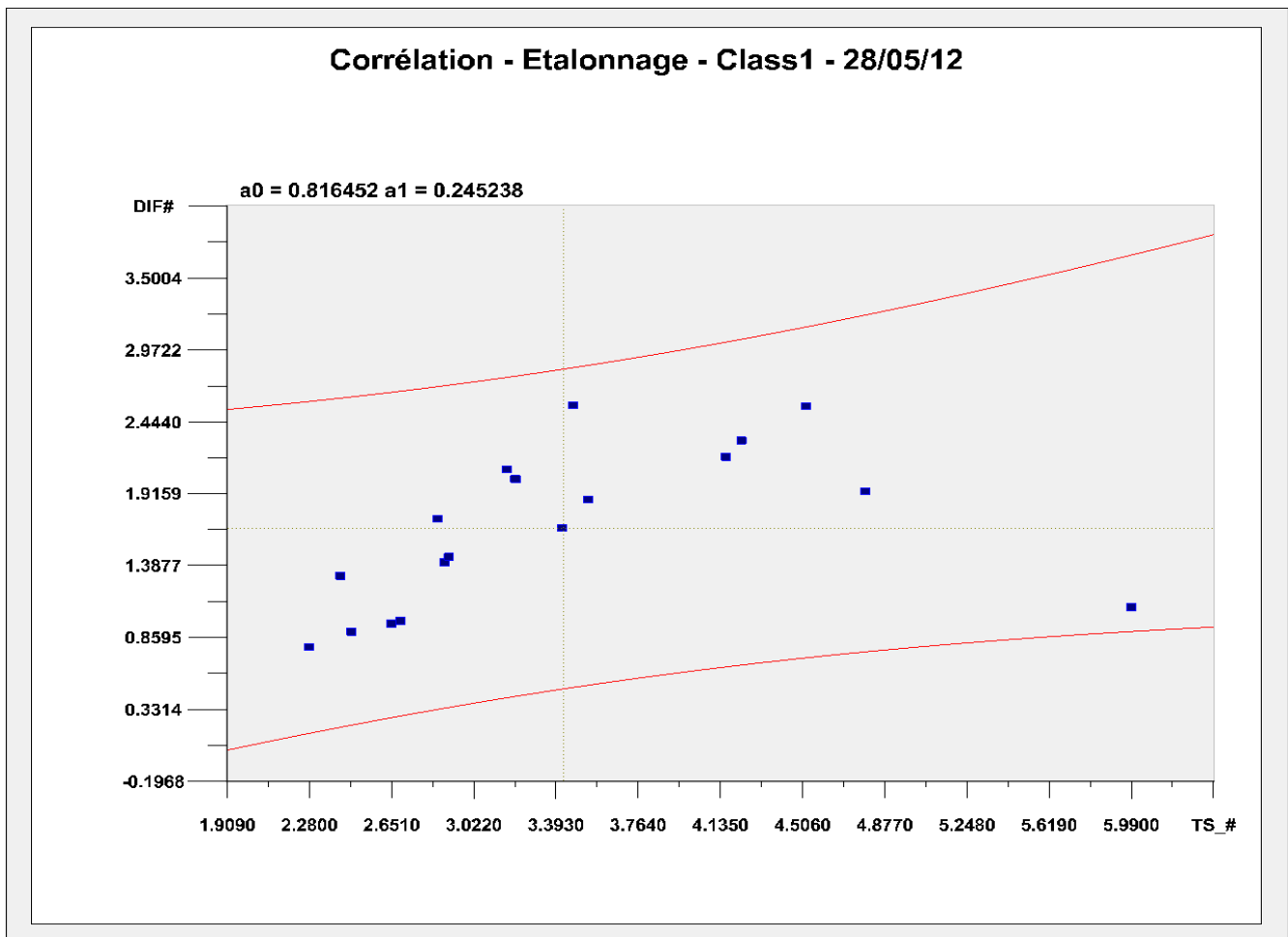
D_ Récapitulation

DATE	%P205 A,A	%P205 Du surnageant S.A	T.S
17-avr	49.67	50.81	4.05
17-avr	49.83	51.14	4.11
18-avr	50.45	51.68	3.15
18/04/2012	50.87	52.51	3.36
19-avr	50.22	51.06	3.51
19-avr	50.14	52.14	5.01
20-avr	48.75	49.76	2.81
20-avr	50.69	51.57	3.21
23-avr	53.11	53.88	2.22
23-avr	52.03	52.98	2.61
24-avr	52.44	52.46	2.81
24-avr	50.96	51.01	2.91
25-avr	49.40	50.74	4.22
25-avr	49.98	51.00	2.86
26-avr	49.70	50.54	3.08
26-avr	49.50	50.71	3.11
30-avr	49.09	49.97	3.21
30-avr	49.15	49.98	3.05

DATE	%P205 A,A	%P205 Du surnageant S.A	T.S
02-mai	50.47	51.43	2.65
02-mai	52.61	53.51	2.47
03-mai	52.08	53.74	3.42
03-mai	52.61	53.59	2.69
08-mai	53.22	54.01	2.28
08-mai	50.56	52.43	3.54
09-mai	50.00	51.41	2.89
09-mai	49.07	51.09	3.21
10-mai	51.36	53.67	4.23
10-mai	51.03	53.13	3.17
14-mai	52.28	54.84	4.52
14-mai	50.24	52.43	4.16
15-mai	51.28	53.21	4.79
15-mai	53.38	54.69	2.42
16-mai	51.83	54.40	3.47
16-mai	52.74	54.47	2.86
17-mai	50,96	52,41	2,91
17-mai	49,09	50,17	5,99

E_ Modélisation

Cette courbe représente la différence entre les % de P_2O_5 avec et sans attaque en fonction du taux de solide comme proposition



F_ Interprétation des résultats

D'après le graphe on remarque qu'il n'y pas un modèle mathématique pour faire une corrélation cela est peut être du:

- Le taux de sulfate
- Eléments de traces
- D'autres facteurs...

Conclusion

Il n'y a pas une corrélation entre les résultats du % de P_2O_5 avec et sans attaque chlorhydrique mais il y a d'autres propositions comme la densité, qu'il me demandait plus de temps pour pouvoir effectuer ces essais.

Ce stage d'application m'a permis d'avoir une grande idée à-propos des analyses effectuées sur l'acide phosphorique et de connaître les différentes unités présentes au laboratoire centrale qui a pour mission principale le suivi et le contrôle de la qualité des matières premières, des produits intermédiaires et des produits finis du pôle chimie Jorf Lasfar ainsi que les effluents gazeux, liquides et solides

La période de stage est une occasion d'allier entre pratique et théorique. Il m'a permis de développer les compétences organisationnelles d'écoute et de communication pour s'adapter au monde du travail.

Bibliographie

- **Documentation du laboratoire centrale de l'OCP**
- **Rapport interne de l'OCP**
- **Recherche Internet : www.wikipedia.org**

www.ocpgroup.ma