



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES

Département de chimie



Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'Analyse Chimique et Contrôle de Qualité (TACCQ)

PROJET DE FIN D'ETUDES

Etude comparative de P_2O_5 total dans l'engrais DAP par volumétrie et
colorimétrie.

Présenté par :

- KASMI Rania

Encadré par :

- Dr. HASSOUNE Hicham (OCP)
- Pr. ASSOUIK Jamal (FSTF)

Soutenu Le 17 Juin 2015 devant le jury composé de:

- Pr. CHAOUQI Mohammed.
- Pr. SKALLI Mohammed.
- Pr. ASSOUIK Jamal.

Stage effectué à : Direction Recherche & Développement – Groupe OCP

Année Universitaire 2014 / 2015

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzer – FES

☒ Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14

Site web: <http://www.fst-usmba.ac.ma>



Dédicace



- ✂ A mes très chers parents, ceux dont personne ne peut compenser les sacrifices qu'ils ont consentis pour mon éducation et mon bien être. Qui n'ont jamais cessé de me soutenir matériellement et moralement pour que je puisse continuer mes études et avoir une bonne formation et à qui je veux exprimer mon affection et ma gratitude. Merci encore mille fois.

- ✂ A mon frère, à qui je souhaite le courage et une vie pleine de succès et bonheur.

- ✂ A tous les professeurs et les étudiants de la faculté des sciences et technique Fès.

- ✂ A mes amis, ainsi qu'à tous les stagiaires avec qui j'ai passée des moments agréables.

- ✂ A tous Ceux qui ont contribués de près ou du loin à l'élaboration de ce Stage.

Remerciements

Nous remercions **DIEU**, le puissant de nous avoir accordé santé et courage pour accomplir se modeste travail.

Avant d'aborder l'exposé de mes résultats, qu'il me soit permis de remercier toutes les personnes qui, à des degrés divers, ont contribué à faciliter l'élaboration de cette étude.

Au terme de ce travail, je tiens à exprimer mes sincères remerciements à **Monsieur Boulif**, le Directeur du service Recherche&Développement d'avoir accepté ma demande pour un stage au sein du Groupe Office Chérifien des phosphates.

J'exprime toute ma gratitude, au **Dr. HASSOUNE Hicham**, mon parrain de stage pour sa participation dans la direction de ce projet de licence et pour son soutien Professionnel avec une approche scientifique toujours critique et pédagogique.

Je remercie chaleureusement mon encadrant universitaire **Mr. ASSOUIK Jamal**, professeur à la faculté des Sciences et technique Fès pour son encadrement et pour l'aide qu'il ma prodigué durant ce rapport et pour ses conseils précieux.

Que les membres de jury : Pr **CHAOUQI Mohammed** ; Pr **SKALLI Mohammed** et Pr **ASSOUIK Jamal**, trouvent ici ma reconnaissance pour l'honneur qu'ils m'ont apporté en acceptant d'examiner ce travail de PFE et pour l'intérêt qu'ils y ont prêté.

La qualité des résultats présentés ici est le fruit d'un travail d'équipe. J'ai pour cela pleinement profité de la présence et de l'efficacité des nombreux coopérants du très convivial Département «Eau, environnement et Energie» qui a été un cadre privilégié pour réaliser ce travail.

Ces remerciements ne seraient pas complets sans mentionner l'équipe technique et administrative de la Direction Recherche & Développement, pour leur amitié et pour l'ambiance agréable qu'ils ont su entretenir et qui a été favorable à l'entretien moral et à l'avancement de ce travail.

- **Mon univers privé**

Une pensée émue pour mes parents pour leurs encouragements incessants et leur soutien permanent. Qu'ils trouvent ici ma reconnaissance et mon affection.

Et ceux que j'attristerai en ne mentionnant pas leurs noms. Mais un fait est certain, je ne peux pas ignorer que la réalisation de ce travail n'aurait pas été possible sans la contribution de toutes ces personnes. Merci à toutes et à tous.

Résumé

Dans le cadre de la formation en Licence Science et Technique (Techniques d'analyse chimique et contrôle de qualité), les stages dans les entreprises sont des outils d'amélioration des compétences professionnelles qui aident beaucoup l'étudiant à apprécier ses connaissances théoriques sur le plan pratique.

C'est dans ce contexte que je viens d'effectuer un stage au sein des industries chimiques de Jorf Lasfar filière de l'OCP, là où j'ai appris des pratiques laboratoires de contrôle simultanées de la production afin de s'assurer de la conformité de la qualité marchande.

En raison de la diversité des modes opératoires qui aboutissent à des résultats plus au moins comparables, les responsables du laboratoire m'ont proposé de travailler sur l'étude comparative de l'analyse du P_2O_5 dans l'engrais DAP par méthode volumétrie et méthode spectrophotométrie UV-visible, dont le but d'adopter un choix approprié à la technique qui répond en temps opportun et aux besoins des responsables de production, ces derniers peuvent agir sur la marche de production pour la corriger sur la base des valeurs exigées par le laboratoire.

Bref, mon travail de comparaison n'est pas limité sur le temps opératoire mais aussi sur sa précision et son coût, sans oublier la sécurité du chimiste.

Mots clés : Comparaison ; Choix ; Engrais ; Volumétrie ; Spectrophotométrie.

Notations utilisées

Abréviations

PFE	Projet de Fin d'Etudes	Imacid	Indo-Maroc phosphore
OCP	Office Chérifien des Phosphates	MAP	Mono Ammonium Phosphate
PDG	Président Directeur Général	IDC	Indicateur coloré
R&D	Recherche & Développement	UV	Ultra-violet
P ₂ O ₅	Anhydride phosphorique	KH ₂ PO ₄	dihydrogénophosphate de potassium
S.A	société anonyme	HClO ₄	Acide perchlorique
DAP	Di Ammonium Phosphate		
PMP	Pakistan Maroc Phosphore		
BMP	Brésil Maroc phosphore		
Emaphos	Euro-Maroc phosphore		

Liste des figures

Figure I-1. Carte représentative des gisements de phosphate.

Figure II-1: Préneutraliseur

Figure II- 3: Tube sécheur

Figure II- 4: Classification des produits

Figure IV-1: Titrage automatique

Figure IV-2 : Principe de spectrophotométrie

Liste des tableaux

Tableau II-1 : les paramètres de DAP

Tableau III- 1 : Quelques Equipements de Protection Individuelle

Tableau III- 2 : Avant et Après l'application des 5S

Tableau IV-1 : Résultats obtenus par la méthode volumétrique⁴

Tableau IV-2 : Résultats obtenus par la méthode spectrophotométrique UV-visible

Tableau IV- 3: Comparatif des deux méthodes

sommaire

Dédicace.	
Remerciements.	
Résumé.	
Notations utilisées.	
Liste des figures.	
Liste des tableaux.	
sommaire.	
Introduction générale.....	1
CHAPITRE I. PRÉSENTATION DE L'ORGANISME D'ACCUEIL.....	3
I. Présentation du Groupe Office Chérifien des Phosphates « OCP »	4
I.1. Généralité	4
I.2. Présentation du site de Jorf Lasfer	5
I.3. Activités industrielles du complexe chimiques de Jorf Lasfar.....	5
I.4. Présentation de la direction Recherche & Développement	6
CHAPITRE II. DESCRIPTION DU PROCÉDÉ DE LA FABRICATION DES ENGRAIS. ..	8
I. Généralités sur les engrais phosphatés.....	9
1) Définition des engrais.....	9
2) Différentes formes des engrais	9
3) Terminologie des engrais	9
3.1. Les engrais simples	9
3.2. Les engrais composés	10
II. Procédé de fabrication des engrais	10
1. Réactions de neutralisation.....	10
2. Granulation.....	11
3. Séchage.....	12
4. Classification granulométrique.	13
5. Le conditionnement du produit.	13
6. L'assainissement et le lavage des gaz.	14
III. Paramètres de marche de DAP	14
IV. Description de laboratoire local des engrais	15
Chapitre III. Anhydride phosphorique :Etude bibliographique	16

I. Introduction.....	17
II. Généralités sur l'anhydride phosphorique :	17
III. Méthodes d'analyse utilisées pour déterminer la teneur de P ₂ O ₅	17
IV. Equipement de protection individuelle	18
V. Cinq S	19
ChapitreIV. Etude comparative globale entre la volumétrie et la colorimétrie.....	21
Introduction	22
I. Méthode volumétrique	22
II. Méthode spectrophotométrique UV-visible	24
III. Comparatif des deux méthodes	28
Conclusion.....	32
Annexe	33
Références bibliographiques et webographiques	36

Introduction générale

La croissance des plantes dépend, en grande partie, de la manière dont elles vont pouvoir accéder aux éléments nutritifs présents dans le sol. Parler de la nutrition des plantes, c'est donc parler de la relation entre la plante et le sol, ce dernier n'est pas un milieu inerte, qui faisait uniquement support de culture mais, c'est un milieu vivant qu'il faut entretenir afin de nourrir les plantes.

Pour croître, se développer, toute plante a besoin d'eau, de lumière et d'éléments nutritifs qu'elle va puiser dans le sol: azote, phosphore, potassium et d'autres éléments complémentaires non moins indispensables, pour cela on utilise les engrais qui sont des substances organiques ou minérales, souvent utilisées en mélanges afin de compenser l'appauvrissement du sol suite aux précédentes cultures et le préparer en prévision des prochaines cultures et par la suite d'apporter les éléments nutritifs suivants :

▶ des éléments de base :

- l'azote (N) qui contribue au développement végétatif de toutes les parties aériennes de la plante. Il permet à la plante de fabriquer en quantité et en vitesse accrue les acides nucléiques, aminés ainsi que la synthèse des protéines et de la chlorophylle pour permettre à la plante une croissance plus rapide.
- le phosphore (P) qui renforce la résistance des plantes et contribue au développement des racines.
- Le potassium(K) qui contribue à favoriser la floraison et le développement des fruits.

On parle des engrais ternaires de type NPK si les trois sont associés. Sinon, on parle également des engrais binaires NP, NK, PK ou d'engrais simples s'ils sont constitués d'un seul de ces éléments N ou P ou K.

▶ des éléments secondaires tels : calcium (Ca), soufre (S), magnésium (Mg),...

▶ des oligo-éléments tels que : le fer (Fe), le manganèse (Mn), le molybdène (Mo), le cuivre (Cu), le bore (B),...

Depuis son indépendance, le Maroc a suivi au fil des années une politique de développement agricole basée sur l'emploi des méthodes rationnelles d'utilisation des différents facteurs de production. Parmi ces facteurs, l'engrais, qui constitue un élément déterminant de la productivité, jouit d'une place privilégiée.

La première période qui s'est déroulée entre 1974 et 1990. Il a commencé par une campagne de sensibilisation auprès des agriculteurs et fabricants d'engrais sur l'importance et l'utilisation des engrais. En parallèle, deux opérations nationales visant l'amélioration de la productivité ont été lancées, à savoir l'opération "labour" et l'opération "engrais". Cependant, à cette époque la grande partie des engrais utilisés était essentiellement importée. Cette situation a poussé donc le gouvernement marocain à responsabiliser l'Office Chérifien du Phosphate (OCP) pour approvisionner le pays en engrais.

Actuellement, le groupe OCP Maroc, sous la directive de son nouveau PDG Mostafa Terrab, a lancé un vaste plan de développement. Le géant marocain des phosphates a décidé d'investir plus de 4 milliards de dollars, pour pratiquement doubler la production dans les dix ans, afin d'améliorer sa compétitivité à l'échelle mondiale et de conquérir de nouveaux marchés surtout au niveau africain.

Dans la perspective d'enrichir notre potentiel intellectuel, d'améliorer nos acquis scientifiques et techniques, et de projeter certains éclairages sur les difficultés et les obstacles que nous pouvons rencontrer sur le terrain en tant que futurs diplômés, j'ai effectué un stage à l'OCP qui'est une entreprise citoyenne et leader en production du phosphate.

Le souci de l'OCP est de garder son image de marque en fournissant une qualité marchande de ses produits qui répond aux exigences de ses clients à l'échelle internationale. Pour cette raison, les laboratoires locaux relevant des services de production ainsi que le laboratoire central, sont tous tenus d'assurer une bonne démarche de qualité aussi fiable que possible.

Ce rapport de stage aura pour but de comparer d'une façon globale deux méthodes d'analyse : volumétrie et colorimétrie, de l'anhydride phosphorique, qui est la partie noble dans les phosphates et ses dérivés, au niveau de la direction R&D.

La dite comparaison ou étude comparative de dosage du P_2O_5 dans l'engrais DAP a été effectuée après avoir présenté l'organisme d'accueil, faire la description du procédé de fabrication des engrais et illustrer le travail par une étude bibliographique.

Enfin, il faut noter que le P_2O_5 objet de notre sujet est le total de l'anhydride phosphorique contenu dans le DAP.

CHAPITRE I.

PRÉSENTATION DE L'ORGANISME D'ACCUEIL

I. Présentation du Groupe Office Chérifien des Phosphates « OCP »

I.1. Généralité

Le Groupe OCP est une société anonyme fondée en 1920 et domiciliée au Maroc. Il est le leader mondial des exportations de phosphates et produits dérivés, avec des activités couvrant l'ensemble de la chaîne de valeur, allant de l'extraction de la roche de phosphate à la transformation chimique en acide phosphorique et différents engrais. Les produits OCP représentent une composante majeure de la sécurité alimentaire mondiale tant ils sont importants pour la productivité agricole et contribuent activement à la régénération qualitative des sols.

Avec les réserves les plus importantes au monde, principalement localisées dans le bassin de Khouribga au centre du Maroc, OCP S.A offre une large sélection de roche de phosphates de différentes qualités, destinée à divers usages. OCP est le premier exportateur de roche de phosphates et d'acide phosphorique dans le monde, et un des principaux exportateurs d'engrais phosphatés, avec un portefeuille composé de 130 clients et une présence sur les cinq continents.

➤ Sites industriels:

Le Groupe est présent dans cinq zones géographiques du pays dont trois sites d'exploitation minière Khouribga, Benguerir/Youssoufia, Boucraâ/Laâyoune et deux sites de transformation chimiques: Safi et Jorf Lasfar.

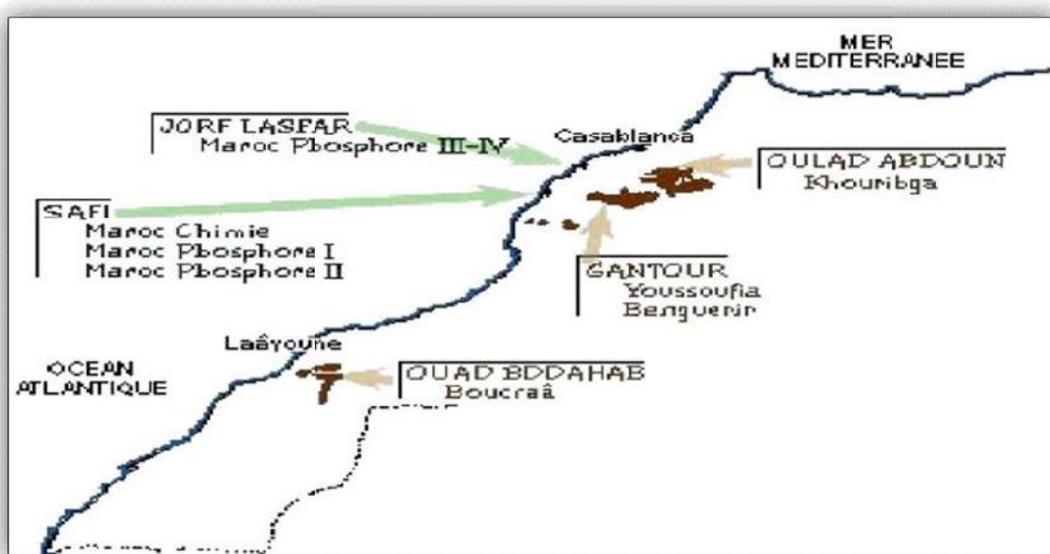


Figure I-1. Carte représentative des gisements de phosphate.

I.2. Présentation du site de Jorf Lasfer

Dans le cadre du développement continu en matière de valorisation des phosphates, le groupe OCP a bâti en 1986 sur le site de Jorf Lasfar à El Jadida le complexe industriel Maroc- Phosphore III&IV pour la production des acides phosphorique et sulfurique et des engrais .Par la suite le groupe a fondé d'autres unités de production en partenariat avec des groupes industriels internationaux nous citons:

- EMAPHOS : Euro –Maroc Phosphore (33,33% OCP ; 33,33% Prayoun [Belgique] ; 33,33% CFB [Allemagne]).
- IMACID: Indo-Maroc Phosphore (33%OCP; 33% Chambal Fertilizer-Inde et 33% Tata Chemicals Limited).
- PAKPHOS : Pakistan Maroc Phosphore PMP, en joint-venture entre l'OCP et Fauji Fertilizer Bin Qasim Limited. (Participation OCP: 50%).
- BUNGE : Brésil Maroc Phosphore BMP, Joint-venture entre l'OCP et une société brésilienne. (Participation OCP: 50%).

I.3. Activités industrielles du complexe chimiques de Jorf Lasfar

Ce complexe comprend plusieurs ateliers :

a. Atelier de production d'acide sulfurique

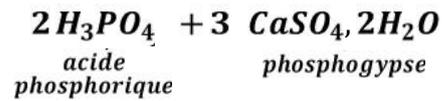
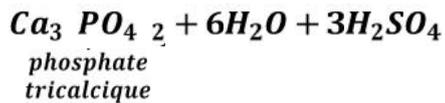
Cet atelier est consacré à la fabrication de l'acide sulfurique selon trois étapes essentielles :

- La combustion : pour former l'anhydride sulfureux (SO₂). $S + O_2 \longrightarrow SO_2$
- La conversion : pour former l'anhydride sulfurique (SO₃). $SO_2 + 1/2O_2 \longrightarrow SO_3$
- L'absorption: pour former l'acide sulfurique (H₂SO₄). $SO_3 + H_2O \longrightarrow H_2SO_4$

b. Atelier de production d'acide phosphorique

La fonction essentielle de cet atelier est la production d'acide phosphorique à partir de la réaction du phosphate broyé avec l'acide sulfurique.

Le phosphore se trouve sous forme Ca₃(PO₄)₂; le minéral primaire, à l'origine de tous ces gisements, serait l'apatite Ca₅(PO₄)₃X, où X peut être le fluor F, le chlore Cl, le brome Br, l'hydroxyle OH où un demi-groupe carbonate CO₃ et où le calcium peut être remplacé par du plomb. Le phosphogypse est un sous-produit de la fabrication d'acide phosphorique, obtenu par attaque du phosphate naturel, à l'acide sulfurique selon la réaction suivante :



c. Atelier de production d'engrais

Les processus de la fabrication d'acide phosphorique à partir des autres ateliers aboutissent au superphosphate simple ou triple qui est utilisé directement comme engrais ou associé à d'autres sources d'azote ou de potassium pour produire des engrais composés de :

- MAP: Mono Ammonium Phosphate.
- DAP: Diammonium Phosphate.
- TSP : Triple Super Phosphate avec un seul élément fertilisant qui est le phosphate.
- ASP : Ammonium Super Phosphate, c'est un engrais binaire avec deux éléments fertilisants qui sont le phosphate et l'azote.
- NPK : Ammonium phosphate de potassium, c'est un engrais avec trois éléments fertilisants

d. Stockages principaux

Hangars de stockage pour solides (phosphates, engrais et soufre), bacs de stockage pour liquides (acide sulfurique, ammoniac, acide phosphorique...).

I.4. Présentation de la direction Recherche & Développement

La Direction R&D au sein de laquelle a été effectué ce stage compte plusieurs unités de recherche, ainsi que des entités supports et logistiques. Elle réalise des travaux de recherche sur des thématiques liées à toute la chaîne de valeur du phosphate ainsi que sur des thèmes transverses (eau, environnement, corrosion, ...). Les unités de R &D de cette direction sont:

- **Unité R&D « Minéralurgie et Traitement des Phosphates »**

Son activité principale consiste à :

- Réaliser des essais concernant l'étude et la mise au point des différentes étapes du traitement de minerai (lavage, séchage, broyage, flottation et calcination)
- Améliorer les performances des unités de traitement.

- **Unité R&D « Acides et Procédés de séparation »**

Elle a pour activité des études et recherches dans le domaine de la valorisation chimique des phosphates et de la fabrication des acides phosphorique et sulfurique. Elle traite également des procédés et technologie de séparation (La filtration sur membrane,...).

- **Unité R&D « Fertilisation »**

Elle s'occupe du développement de procédés de fabrication de différentes qualités d'engrais et de l'amélioration de leurs caractéristiques physico-chimiques.

- **Unité R&D « Eau, Environnement, Energie »**

Ses principales activités consistent à l'accompagnement des partenaires exploitants, au niveau des sites miniers et chimiques, dans l'évaluation environnementale, l'optimisation des consommations d'eau et d'engrais,...

- **Unité R&D « Modélisation & Simulation »**

Son activité principale concerne les travaux de recherche liés à la simulation et la modélisation relatives aux processus de valorisation des phosphates.

- **Unité de Recherche Documentaire, et cellule Veille Scientifique & Technologique**

Elle permet de suivre des actualités concernant le phosphate et les nouvelles technologies afin d'enrichir la base et de répondre aux besoins des chercheurs en matière d'information et de documentation.

- **Unité R&D « Matériaux et Corrosion »**

Elle procède à toute étude et recherche relatives aux comportements d'équipements et d'installation dans tous les milieux à caractères corrosifs et/ou abrasifs. Elle apporte conseil, soutien et assistance technique aux industries concernées par les problèmes de corrosion et la tenue des matériaux.

**CHAPITRE II.
DESCRIPTION DU PROCÉDÉ DE LA FABRICATION
DES ENGRAIS.**

I. Généralités sur les engrais phosphatés

1) Définition des engrais

Les engrais sont des produits utilisés dans le domaine agricole comme produits de base pour enrichir le sol et donner aux plantes leur besoin en azote, potassium, phosphore pour leur croissance.

2) Différentes formes des engrais

Les engrais solides sont les plus répandus et se présentent sous différentes formes:

- ◆ **Les engrais pulvérulents** : sont constitués de fines particules, d'une dimension maximale de 2 à 3 mm, mais sans limite inférieure. Cette forme est de moins en moins utilisée.
- ◆ **Les engrais granulés** : sont sous forme de particule solide de taille comprise entre une limite inférieure et une limite supérieure, le plus souvent entre 2 et 4 mm.

3) Terminologie des engrais

3.1. Les engrais simples

Ce sont des engrais ayant une teneur déclarée en un seul élément fertilisant majeur N, P ou K.

➤ **Engrais azotés**

Les engrais minéraux azotés sont pour la plupart produits à partir de l'Ammoniac (NH_3) obtenu par synthèse de l'azote de l'air (N) et de l'hydrogène (H) du gaz naturel. L'azote est un élément présent dans toute cellule vivante, en particulier dans la constitution des protéines. Il intervient pour 78% dans la composition de l'air atmosphérique.

➤ **Engrais phosphatés**

Le phosphate est très peu soluble dans le sol, les engrais phosphatés doivent être apportés avant les semences et bien mélangés au sol.

Ces engrais contiennent des oligo-éléments tels que les oxydes de Fer, le fluor, Magnésium,.... Et ils sont caractérisés par leurs teneurs en P_2O_5 et par leurs formes qui sont liées à la solubilité dans l'eau et d'autres solutions telles que le citrate d'ammoniaque.

➤ **Engrais potassiques**

Le potassium très mobile dans la plante, joue un rôle multiple : il active la photosynthèse et favorise la formation des glucides et leur accumulation dans les organes de réserve (racines de betteraves, tubercules de pommes de terre,...).

3.2. Les engrais composés

Ce sont des engrais ayant des teneurs déclarées NP, PK, NK et NPK, avec au moins deux éléments fertilisants des engrais majeurs.

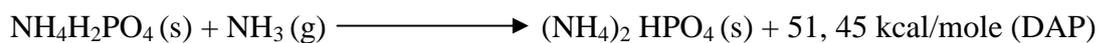
Les teneurs des éléments fertilisants des engrais sont exprimées en azote N₂, en anhydride phosphorique P₂O₅ et en oxyde de potassium K₂O.

II. Procédé de fabrication des engrais

1. Réactions de neutralisation

Le principe de la fabrication consiste à produire un mélange de phosphates d'ammonium et sulfo-phosphate d'ammonium par neutralisation des acides phosphoriques et sulfuriques par l'ammoniac suivant les réactions :

◆ Neutralisation de l'acide phosphorique :



◆ Neutralisation de l'acide sulfurique :



L'acide sulfurique ajouté à ce mélange réagira avec l'ammoniac pour former les sulfates d'ammonium. Etant un acide plus fort que l'acide phosphorique l'acide sulfurique a une plus grande affinité pour réagir avec l'ammoniac pour ajuster la qualité du produit, il fait baisser le pourcentage du P₂O₅ du produit fini.

Cette étape consiste à la réaction de neutralisation qui se fait à l'intérieur d'un pré-neutraliseur où on mélange l'acide phosphorique, l'acide sulfurique et l'ammoniac pour aboutir à la fin à une bouillie convenable.

Le rapport molaire, pour cette 1^{ère} ammonisation, doit être d'environ 1,4 pour le DAP et 0.6 pour le MAP.

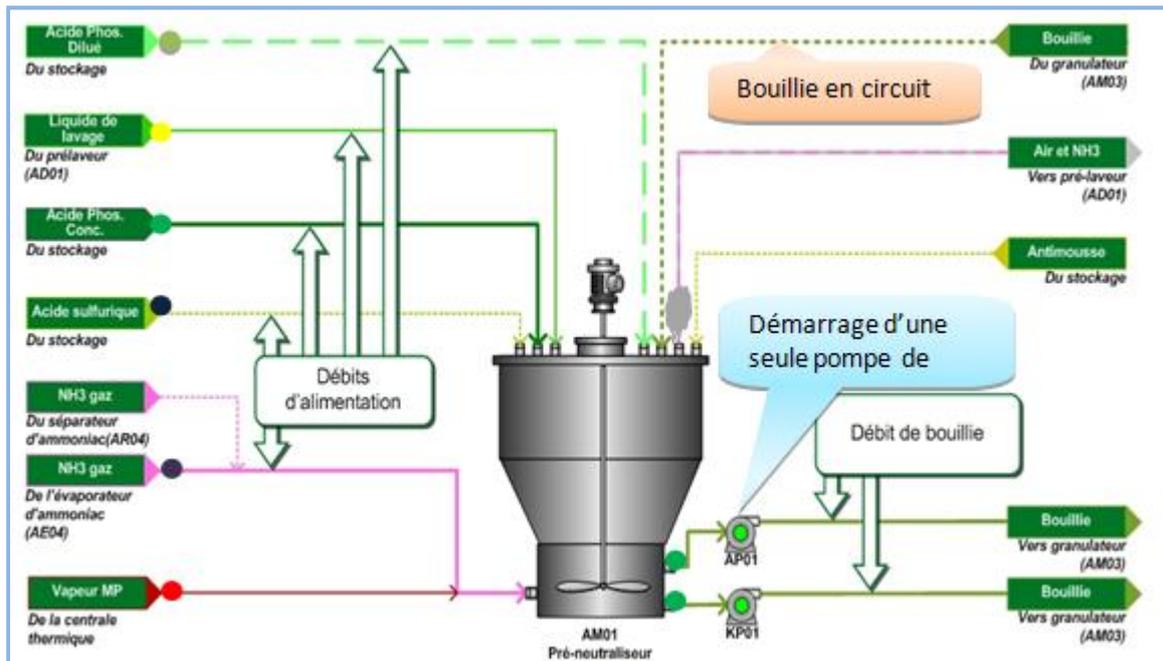


Figure II-1: Préneutraliseur

2. Granulation

L'opération de granulation consiste à transformer la bouillie venant du préneutraliseur en un produit granulé, l'opération se fait dans un granulateur, incliné de $3,57^\circ$ pour faciliter le transfert de la charge circulante.

La bouillie est pulvérisée sur un lit de matière sèche recyclée. Le mouvement de rotation du granulateur permet une distribution de la bouillie uniformément sur la surface des granulés, et produit une couche de granulés très uniformes, durs et bien arrondis.

L'ammoniac liquide est pulvérisé sous le lit et réagit avec la bouillie. La paroi interne du granulateur est revêtue de panneaux en caoutchouc flexibles pour minimiser le colmatage et la formation des gros blocs.

Le rapport molaire, pour cette 2^{ème} ammonisation, doit être d'environ 1,8 pour le DAP et 1 pour le MAP.

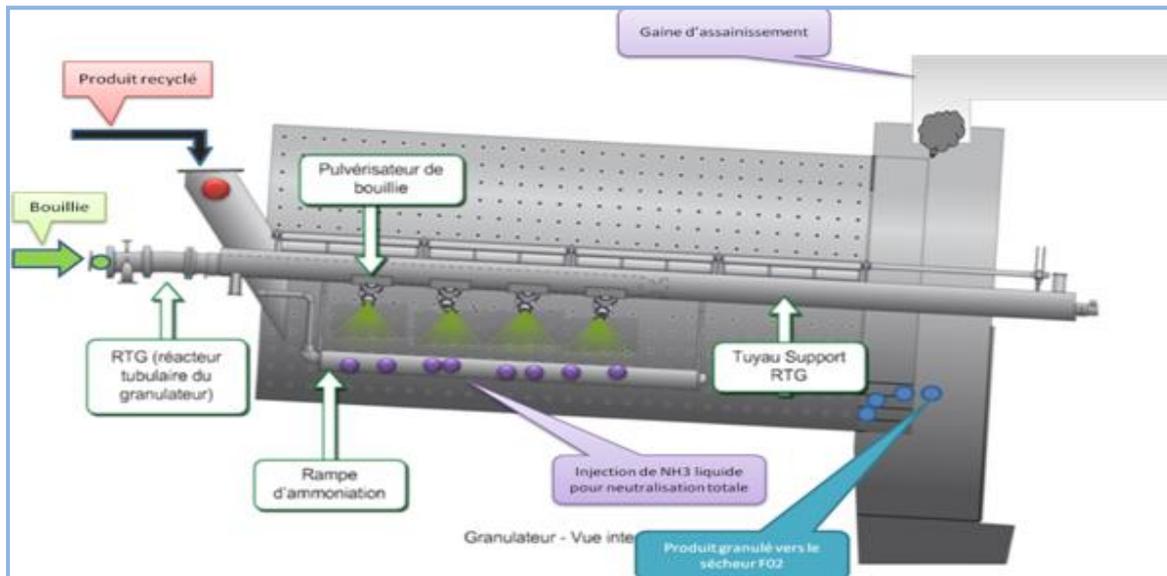


Figure II- 2: Granulateur

3. Séchage

Le séchage permet de réduire l'humidité contenue dans le produit, afin d'éviter les phénomènes de colmatage des appareils de broyage, criblage et conditionnement ainsi que la prise en masse au cours du stockage de l'engrais d'une part, et d'autre part d'assurer la production d'un produit conforme de point de vue d'humidité. Cette extraction d'eau se fait par contact entre l'air chaud obtenu par la combustion du fuel et le produit engrais.

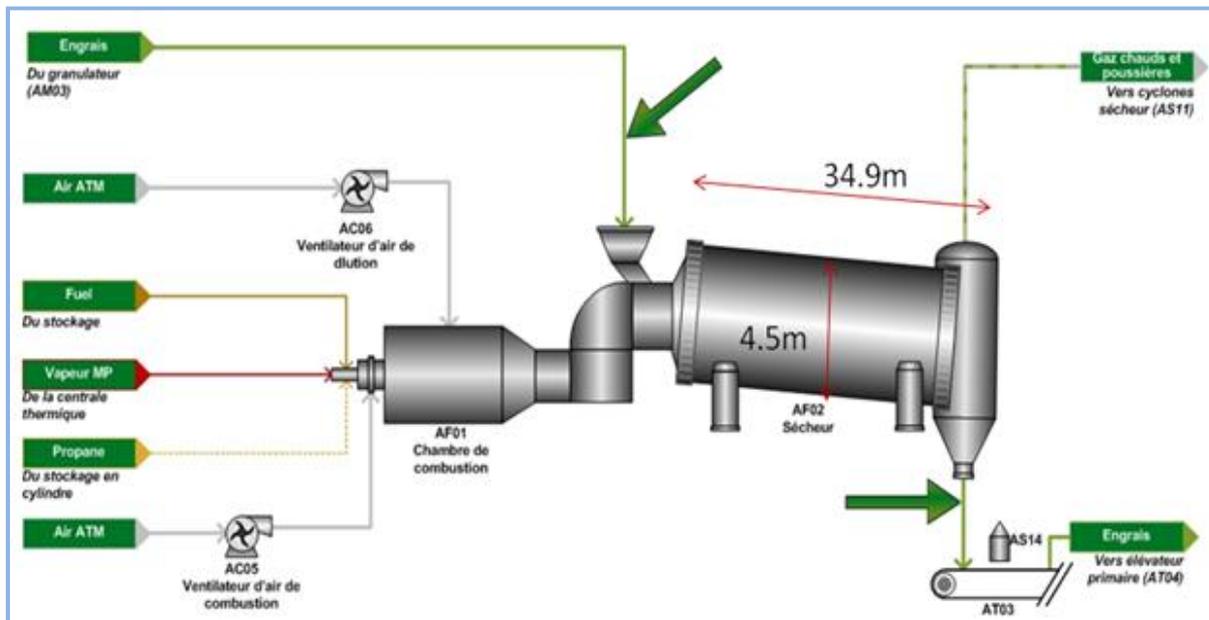


Figure II- 3: Tube sécheur

4. Classification granulométrique.

La séparation granulométrique de l'engrais permet de fabriquer un produit marchand à la granulométrie requise entre 2 et 4mm et d'extraire le produit de recyclage qui alimente le granulateur.

De ce fait l'unité de production est équipée de 4 cribles à doubles étages et 2 cribles finisseurs ainsi que 4 broyeurs pour broyer les sur granulés.

Les fines de criblage sont acheminées directement vers la bande de recyclage ainsi que les gros gains refusés par la toile supérieure des cribles sont acheminé vers des broyeurs pour rejoindre aussi la bande de recyclage.

Le produit marchand est acheminé vers les cribles finisseurs à double étage pour améliorer la qualité de la granulométrie.

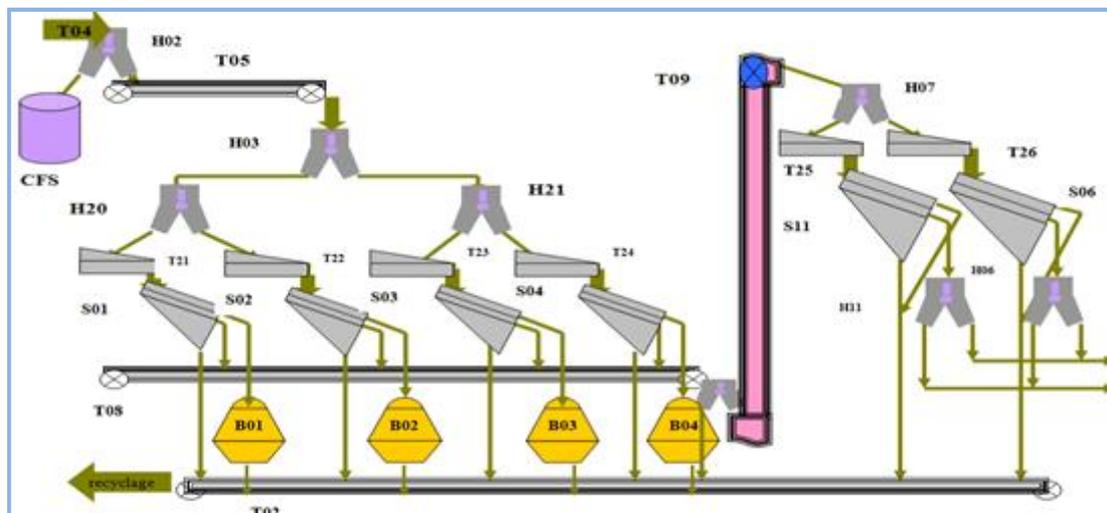


Figure II- 4: Classification des produits

5. Le conditionnement du produit.

◆ Le refroidissement.

Le produit venant des tamis finisseurs alimente par gravité un refroidisseur du produit à lit fluidisé dont le rôle est d'abaisser la température du produit fini à 50°C par mise en contact avec l'air ambiant aspiré par deux ventilateurs.

◆ L'enrobage.

Le produit sortant du refroidisseur à une température de 50°C alimente un élévateur à godets lequel alimente l'enrobeur, le produit marchand est enrobé par pulvérisation du fuel ou de l'huile aminée afin d'éviter la prise en masse, la formation des poussières et l'absorption de l'humidité lors du stockage.

Le produit sortant de l'enrobeur est évacué vers une bande de produit fini laquelle alimente trois installations du stockage à l'aide d'une série de convoyeurs à bande.

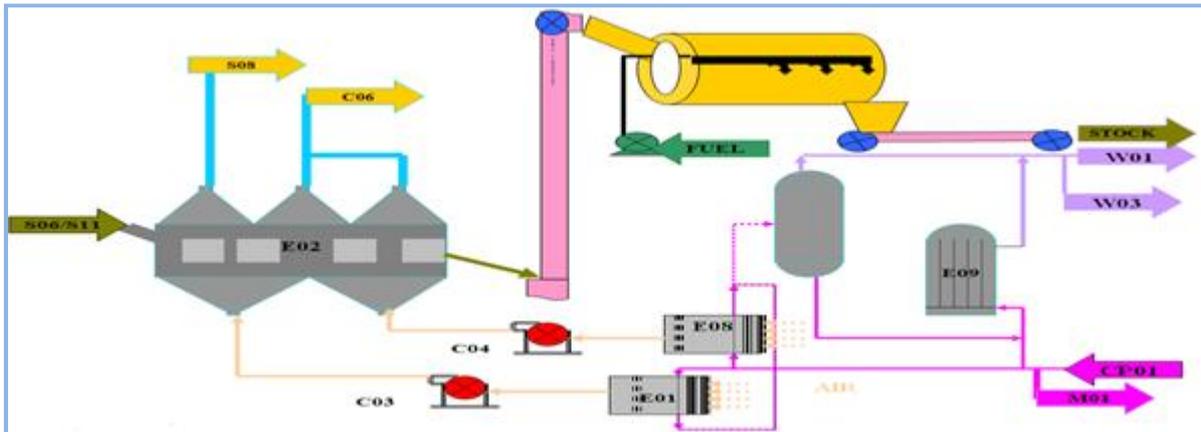


Figure II- 5: Refroidisseur et Enrobeur

6. L'assainissement et le lavage des gaz.

Les gaz contenant de l'ammoniac, des poussières et de la vapeur d'eau sortant de tous les équipements de la ligne (granulateur, sécheur, enrobeur.....) sont lavés par l'eau brute et l'acide phosphorique 29 %.

III. Paramètres de marche de DAP

Pour avoir une granulométrie conforme il est recommandé d'avoir les tranches granulométriques suivantes:

Tableau II-1 : les paramètres de DAP

Préneutraliseur PN	Rapport Molaire Densité (kg/m³) Température (°c) Niveau (%)	1.45 [1530-1550] [114 -119] 60
Granulateur	Rapport Molaire Aspect visuel	1.86 Sphérique
Tube sécheur	Température gaz de Sortie (°c)	[83-90]
Bac de liquide lavage	Rapport Molaire Densité (kg/m³)	1.25 à 1.30 1330

IV. Description de laboratoire local des engrais

Le laboratoire local du service production engrais est une unité qui assure des analyses, dans le but de contrôler la qualité du produit aux différentes étapes de la production, afin de pouvoir agir d'une manière rapide à effectuer les corrections susceptibles de maintenir une bonne marche de la production.

◆ Les analyses effectuées au laboratoire

- La densité.
- Potentiel d'hydrogène (pH).
- Le rapport molaire.
- L'analyse d'azote.
- L'analyse du P₂O₅.
- Granulométrie
- Taux de solide
- L'humidité

Chapitre III. Anhydride phosphorique :Etude bibliographique

I. Introduction

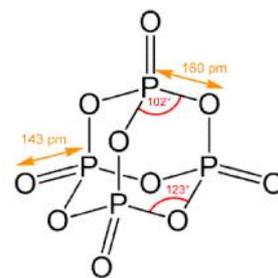
Le Département « Analyse et Assurance Qualité » s'occupe des analyses chimiques et de la caractérisation physique principalement des phosphates et ses dérivés (acide phosphorique, engrais), il cherche toujours des méthodes d'analyses fiables, rapides et rentables mais également de tous autres éléments pouvant être contenus dans les sous-produits de l'industrie des phosphates (déchets solides tels que le phosphogypse, éléments contenus dans les effluents liquides ou gazeux), etc.

Dans les unités de fabrication de l'acide phosphorique l'élément valorisant est le pentoxyde de phosphore appelé aussi l'anhydride phosphorique de formule brute P_2O_5 . Ce dernier est destiné à plusieurs utilisations les plus importantes est la fabrication de l'engrais.

II. Généralités sur l'anhydride phosphorique :

II.1- Formule brute :

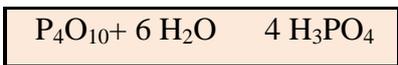
L'anhydride phosphorique (encore appelé le pentoxyde de phosphore) est l'oxyde de phosphore longtemps vu de formule P_2O_5 (ce qui explique son nom) mais dont la formule brute correcte est P_4O_{10} .



II.2- Utilisations :

II.2.1- Desséchant :

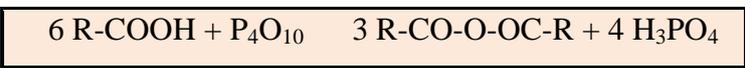
L'anhydride phosphorique réagit avec l'eau pour former de l'acide phosphorique selon la Réaction :



Pour cette raison, l'anhydride phosphorique est employé comme agent desséchant.

II.2.2-Synthèse d'anhydrides :

L'anhydride phosphorique peut être également employé afin de synthétiser des anhydrides d'acide à partir d'acides carboxyliques. La réaction correspond au captage de la molécule d'eau issue de la condensation des deux acides par l'anhydride phosphorique.



III. Méthodes d'analyse utilisées pour déterminer la teneur de P_2O_5

Le laboratoire d'analyse de la direction de Recherche & Développement cherche toujours à satisfaire les besoins de ces clients en choisissant des méthodes fiables et rapides et moins coûteux. Parmi les méthodes d'analyse utilisées pour déterminer la teneur en anhydride phosphorique P_2O_5 sont :

a) Volumétrie

Doser ou titrer une espèce chimique en solution consiste à déterminer la concentration molaire de cette espèce. Cela revient aussi à déterminer la quantité de matière de cette espèce présente dans un volume donné de cette solution. Il consiste à faire réagir la solution à doser (solution titrée de concentration inconnue) avec une solution contenant le titrant (réactif dont on connaît la concentration).

b) Colorimétrie

La colorimétrie est une méthode basée sur l'absorption d'un faisceau de lumière, son principe est le suivant :

Un faisceau de lumière de longueur d'onde donnée traverse la solution à analyser, de la proportion d'intensité lumineuse absorbée par la solution, on déduit la concentration de la substance absorbante, son principe est donc de mesurer la densité optique de la solution pour pouvoir y déterminer la concentration de celle-ci.

La colorimétrie est une méthode d'analyse quantitative basée sur la détermination de l'intensité de la coloration d'une solution et comparaison à des intensités données.

c) Gravimétrie

On solubilise par un procédé quelconque, une prise d'essai à analyser quantitativement, on précipite en suite l'élément à analyser sous forme d'un composé difficilement soluble, le précipité qui se dépose est séparé par filtration, soigneusement lavé, calciné ou séché et pesé exactement. La teneur en élément à doser de ce précipité est calculée à partir de la masse et sa formule chimique.

IV. Equipement de protection individuelle

Un équipement de protection individuelle (EPI) est un dispositif ou moyen destiné à être porté ou tenu par les travailleurs afin de minimiser l'exposition aux produits chimiques dangereux sur les lieux de travail.

Type d'équipement de protection individuelle mis à la disposition de l'agent	Utilisation
	Combinaison de protection contre les produits chimiques
	Chaussures de sécurité de protection des pieds
	Gants de protection contre les produits chimiques
	Masque à cartouche filtrante de protection des voies respiratoires
	Casque antibruit de protection auditive
	Protection du visage contre les projections liquides
	Port obligatoire d'équipement de protection des yeux contre les projections liquides
	Masque anti-poussières

Tableau III- 1 : Quelques Equipements de Protection Individuelle

V. Cinq S

Un travail efficace et de qualité nécessite un environnement propre de la sécurité et de la rigueur. Les 5S permettent de construire un environnement de travail fonctionnel, régi par des règles simples, précises et efficaces.

Les 5S représentent les cinq premières lettres de mots japonais, les « 5S » étant un terme générique, un moyen technique de garder les principes à l'esprit. On peut donner une traduction des 5S approchante en français.

Tableau III- 2 : Avant et Après l'application des 5S

Mots japonais	Traduction française	Avant	Après
SEIRI	Trier (Débarrasser)		
SEITON	Situer les choses (Ranger)		
SEISO	Scintiller (Nettoyer)		
SEIKETSU	Standardiser (mettre à l'ordre)		
SHITSUKE	Suivre et Progresser (rigueur)		

ChapitreIV. Etude comparative globale entre la volumétrie et la colorimétrie

Introduction

L'intérêt de ce sujet est de mettre au point une méthode d'analyse, rapide, moins dangereuse et détecte la teneur en P_2O_5 dans les engrais DAP. À cet effet on a effectué une étude comparative entre la volumétrie et la colorimétrie afin de chercher la méthode qui donne des résultats précis et favorables.

I. Méthode volumétrique

1) Principe

Après une attaque par l'acide sulfurique et une neutralisation de l'excès d'acide, les ions phosphates forment avec le nitrate de lanthane un précipité de $La_2(HPO_4)_3$, l'acide nitrique formé est titré par la soude.

Le titrage consiste à verser à partir d'une burette un volume précis d'une solution dont la concentration est connue dans une solution contenant la substance à doser, de concentration inconnue. La substance contenue dans le titrant réagit de façon continue avec la substance à analyser.



Figure IV-1: Titrage automatique

2) Réactifs

- Acide sulfurique (50g /l)
- Eau distillée
- La soude 0.1 N et 0.5N
- Nitrate de lanthane (50g/l)
- Vert de bromocrésol (IDC, voir zone de virage dans l'annexe)
- Tashero (IDC, voir zone de virage dans l'annexe)

3) Appareillage

- Fiole jaugée 500 ml
- Bécher
- Pipette 25 ml
- Barreau aimanté.
- Appareil de titrage automatique.
- Burette manuelle.
- Balance de précision.
- Entonnoir.
- Plaque chauffante.

4) Prélèvements d'échantillons

La prise d'essai est une masse d'environ 1g du produit broyé à partir de l'échantillon représentatif et quarté.

5) Mode opératoire

- Peser une masse d'environ 1g au moyen de la balance de précision et noter la prise d'essai.
- Mettre la prise d'essai dans un bécher de 250ml.
- Ajouter 30ml d' H_2SO_4 (50g/l) au bécher.
- Mettre le bécher sur la plaque chauffante jusqu'à début d'ébullition.
- Laisser refroidir, ensuite transvaser dans une fiole de 500ml et rincer le bécher avec l'eau distillée.
- Jauger la fiole à 500 ml.
- Agiter la fiole.
- Pipeter 25 ml dans un bécher de 250ml.
- Ajouter trois gouttes de vert de bromocrésol.
- Neutraliser l'excès d'acide sulfurique par NaOH 0,5 N jusqu'au virage vert pomme.
- Ajouter 30 ml de La $(NO_3)_3$ (50g/l) au bécher + trois gouttes de Tashero.
- Titrer par NaOH (0,1 N) jusqu'au virage bleu ciel et noter la tombée de burette(Tb).

➤ Les équations au cours du dosage

➤ *La mise en solution:*



➤ *Neutralisation du H_2SO_4 en excès:*



✦ *La mise en précipitation:*



✦ *Titration:*



➤ Expression des résultats :

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 = 7.1 \times V_{tb} \times \frac{1}{\text{PE}} \quad \text{La démonstration de la relation (Voir annexe)}$$

Avec :

V_{tb} : Le volume NaOH (0,1N) versé

PE : La prise d'essai

Les résultats obtenus par volumétrie de la teneur du P_2O_5 doivent être égale à 47 ± 0.8 .

Après les analyses on trouve les résultats suivants:

Tableau IV-1 : Résultats obtenus par la méthode volumétrique

ESSAIS	% P_2O_5
1	47,63
2	47,68
3	47,27
4	47,72
5	47,66
6	47,75
7	47,65
8	47,25
9	47,65
10	47,72
Moyenne	47,60
Max	47,75
Min	47,25
écart type	0,18

II. Méthode spectrophotométrique UV-visible

Un faisceau de lumière de longueur d'onde donnée traverse la solution à analyser, de la proportion d'intensité lumineuse absorbée par la solution, on déduit la concentration de la substance absorbante, son principe est mesurer la densité optique de la solution pour déterminer la concentration de celle-ci.

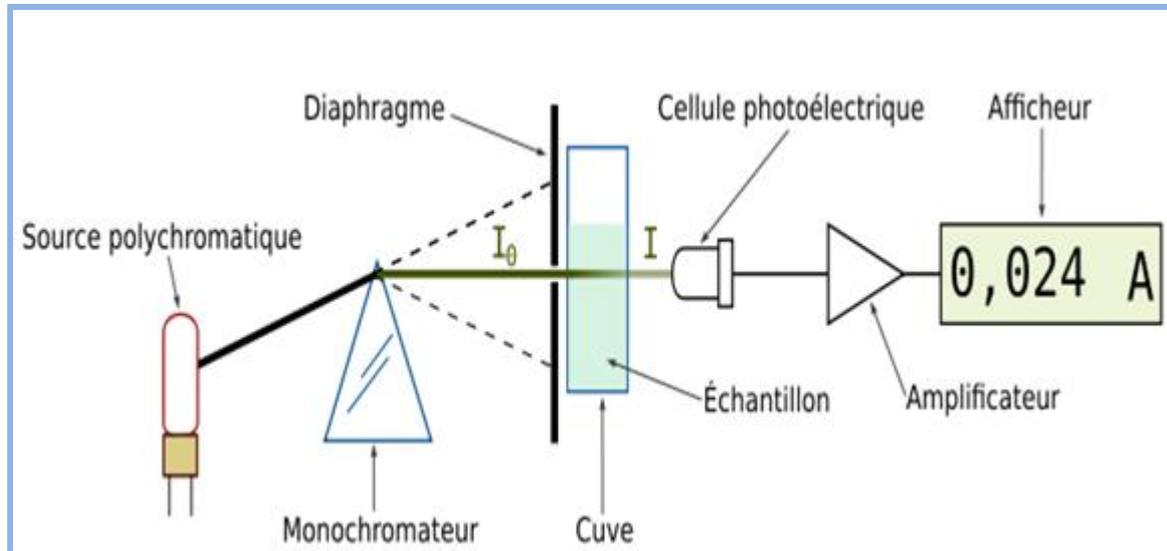


Figure IV-2 : Principe de spectrophotométrie

Avec :

- I_0 = Intensité incidente du faisceau lumineux.
- I = Intensité transmise du faisceau lumineux.

1) Principe

En présence des ions vanadiques et molybdiques, les ions phosphates (PO_4^{3-}) donnent en milieu acide, un complexe jaune : le phosphovanadomolybdique dont l'absorbance est mesurée à 430 nm par spectrophotométrie.

2) Domaine d'application

Cette méthode est appliquée pour les phosphates minéraux naturels, acides phosphoriques 54% et 29%, engrais phosphatés dont les teneurs en P_2O_5 varient entre 2.5 et 60%.

3) Réactifs

- Acide perchlorique.
- l'eau distillée.
- vanadomolybdique (Agent complexant).
- Solution (aqueuses) étalon de KH_2PO_4 à 150mg/l de P_2O_5

Les solutions standard sont préparées dans le laboratoire central.

4) Appareillage

Le spectrophotomètre utilisé est muni d'une pompe péristaltique, pour aspirer les solutions standards ou les échantillons déjà préparés pour dosage de l'anhydride phosphorique. Il faut noter que cet appareil contient un filtre qu'on doit fixer sa longueur d'onde et à la fin de la chaîne est placé un système d'acquisition des données couplés à un ordinateur.

On prend $\lambda = 430\text{nm}$ pour laquelle l'absorbance de la solution est maximale

5) Prélèvements d'échantillons

La prise d'essai est une masse d'environ 1g du produit broyé à partir de l'échantillon représentatif et quarté.

6) Mode opératoire

- Peser une masse d'environ 1 g et noter la prise d'essai (PE).
- Mettre la prise d'essai dans un bécher de 250ml.
- Ajouter 15ml d' HClO_4 au bécher.
- Effectuer l'attaque sur plaque chauffante jusqu'à dégagement d'une fumée blanche sous la haute.
- Couvrir le bécher avec verre de montre.
- Après disparition des fumées blanches, et le laisser refroidir.
- Transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml.
- Prélever 5 ml de la solution préparée.
- Mettre le volume prélevé dans une fiole de 100 ml.
- Prélever 5ml, 10ml, 15 ml et 20ml de la solution étalon de P_2O_5 à 150mg/l dans une fiole de 100ml différentes.
- Ajouter 25 ml du réactif vanadomolybdique. Dans les fioles contenant échantillon, étalon et essai à blanc.
- Ajuster au trait de jauge par l'eau distillée, boucher et homogénéiser.
- Laisser reposer pendant 30 minutes.
- Faites passer les étalons puis les échantillons au spectrophotomètre à la longueur d'onde 430nm.

REMARQUE : L'étalonnage de spectrophotomètre CINTRA 4040 se fait à partir d'une série de solutions étalons avec un coefficient de corrélation, $r = 0.999$ qui est très proche de 1 qui confirme qu'il existe une relation linéaire significative entre deux caractères quantitatifs connus : absorbance et concentration. (Voir les résultats de linéarité au niveau de l'annexe).

➤ Expression des résultats

Les résultats sont calculés et imprimés directement par l'enregistrement.

$$D = \log \frac{I_0}{I} = \nu \times l \times C$$

Avec:

D: Densité optique ou Absorbance.

l : Longueur de la cuve contenant la solution.

C: Concentration du corps à doser.

ν : Coefficient d'extinction molaire de la solution.

Les conditions de validité de la loi de Beer Lambert :

- La lumière est monochromatique car ν est fonction de la nature du corps absorbant et de la longueur d'onde.
- La concentration n'est pas trop élevée $c = 10^{-2} \text{ mol/L}$ en général pour que les interactions entre molécules soient négligeables.

Les résultats obtenus par spectrophotométrie UV-visible de la teneur du P_2O_5 doit être égale à 47 ± 0.6 .

Tableau IV-2 : Résultats obtenus par la méthode spectrophotométrique UV-visible

ESSAIS	% P_2O_5
1	47,69
2	47,55
3	47,24
4	47,37
5	47,72
6	47,45
7	47,59
8	47,55
9	47,38
10	47,42
Moyenne	47,50
Max	47,72
Min	47,24
écart type	0,15

III. Comparatif des deux méthodes

Tableau IV- 3: Comparatif des deux méthodes

	Volumétrique	spectrophotométrique UV-visible
La valeur Moyenne	47,60	47,50
Les écarts	0,18	0,15
Précisions	Moins précise	Plus précise
Temps opératoire	20 min	1h
L'erreur de la méthode en %	0.8	0.6
Le coût d'analyse	90 DH	150 DH

➤ Interprétations

En comparant les écarts types figurants dans les tableaux ci-dessus, on constate que la méthode de mesure spectrophotométrique UV-visible est la plus précise puisque son écart-type est plus petit.

D'autre part, on remarque que la moyenne de pourcentage de P_2O_5 obtenus par la spectrophotométrie UV-visible est inférieure à la moyenne obtenue par la volumétrie.

A partir de ces analyses, il est évident que l'appareil volumétrique est la moins précise. Le coût d'appareils et le coût des réactifs de la spectrophotométrie UV-visible sont plus élevés que la volumétrie. En outre, au terme du temps, la volumétrie peut se faire seulement 20 min, mais la méthode spectrophotométrique reste l'idéale de point de vue précision.

D'après cette étude, on constate que la méthode spectrophotométrique donne des résultats plus proches à la valeur réelle par rapport à la méthode volumétrique.

Au niveau de sécurité

Les réactifs utilisés par la méthode volumétrique présentent les risques suivant:

Tableau IV-5 : Les risques liés à la méthode volumétrique

Produits	Symbole	Phrase R
L'Hydroxyde de sodium	 Corrosif  Danger pour l'environnement	<p>R52/53 : Nocif pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique.</p> <p>R35: Provoque de graves brûlures.</p>
Acide sulfurique	 Corrosif	<p>R35: Provoque de graves brûlures.</p>
Nitrate de lanthane	 Corrosif  Comburant	<p>R35: Provoque de graves brûlures.</p> <p>R8: Favorise l'inflammation des matières combustibles.</p>

Pour déterminer la teneur du P_2O_5 par la spectrophotométrie UV-visible on utilise le vanadomolybdique comme un complexant, ce dernier est un mélange de molybdates de sodium, acide nitrique et vanadate d'ammonium donc les risques liés a cette méthode sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau IV-6: Les risques liés à la méthode spectrophotométrique UV-visible

Produits	Symbole	Phrase R
Molybdate de sodium	 Nocif  Danger pour l'environnement	R52/53 : Nocif pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique. R20/22 : Nocif par inhalation et par ingestion.
Acide nitrique	 corrosif  Comburant	R35 : Provoque de graves brûlures. R8 : Favorise l'inflammation des matières combustibles.
Vanadate d'ammonium	 Toxique  Xn nocif  Xi irritant	R25 : toxique en cas d'ingestion R20 : nocif par inhalation R36/37 : irritant pour les yeux et les voies respiratoires
Acide perchlorique	 Corrosif  Comburant  Explosif	R35 : Provoque de graves brûlures. R8 : Favorise l'inflammation des matières combustibles. R5 : Danger d'explosion sous l'action de la chaleur.

D'après ces deux tableaux on remarque que la spectrophotométrie UV-visible utilise des réactifs plus toxiques que la volumétrie. Dans ce contexte, le chimiste doit prendre le maximum de soins et de précautions sécuritaires avant et en cours d'analyse.

Conclusion

Sans discuter le partage des risques chimiques au cours des analyses au sein d'un laboratoire bien équipé et ayant un personnel très sensibilisé, il est vraisemblablement difficile de trancher en terme de comparaison entre les méthodes voire les techniques d'analyse qui convergent vers la même détermination. Dans notre cas, on a ciblé le pourcentage de l'anhydride phosphorique total contenu dans un échantillon de DAP utilisé comme échantillon de contrôle préparé soigneusement entre trois laboratoires différents à savoir le laboratoire central, le laboratoire R&D et le laboratoire local des engrais. La valeur présumée la tolérance de cet échantillon sont exploités par la carte de contrôle du laboratoire local et c'est déjà une source potentielle pour prononcer la fiabilité de telle méthode et la comparer à une autre.

La méthode volumétrique et la méthode spectrophotométrique UV-Visible, qui faisaient objet de cette recherche, les deux n'ont aucune difficulté pour céder des valeurs proches à la valeur présumée de l'échantillon de contrôle. Mais, chacune a ses propres contraintes. Si on veut gagner le temps, c'est la méthode volumétrique utilisée au laboratoire local. Elle sert à la correction de la marche de production avec un minimum de pertes. Car, le laboratoire local est un laboratoire de suivi. Cependant, la méthode spectrophotométrique qui s'est montrée plus précise, c'est-à-dire les valeurs qu'elle cède sont très proches de la valeur présumée, peut être utilisé en cas de confirmation.

D'ailleurs, au laboratoire central, la méthode spectrophotométrique dont l'appareil est muni d'un auto-analyseur est utilisée pour établir l'analyse de la totalité des échantillons des ateliers du site Jorf Lasfar.

On en conclut que la méthode volumétrique doit rester pour le pilotage effectué chaque deux heures mais, l'échantillon de la moyenne journalière qui subit en parallèle une analyse spectrophotométrique au laboratoire central, seule la même technique qu'il faut lui attribuer et ce, au risque d'éviter les écarts entre le laboratoire local et le laboratoire central.

Annexe

Zone de virage des indicateurs coloré :

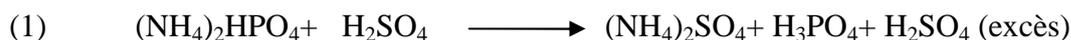
Couleurs de vert de bromocrésol	Point de virage pH 3.8 à pH 5.4	forme acide jaune	Forme neutre Vert	forme basique bleu
---------------------------------	------------------------------------	-----------------------------	-----------------------------	------------------------------

Couleurs de Tashero	Point de virage pH4.2 à pH6.2	forme acide violet	Forme neutre Bleu ciel	forme basique vert
---------------------	----------------------------------	------------------------------	----------------------------------	------------------------------

Démonstration de la formule du P_2O_5 :

On a les réactions suivantes :

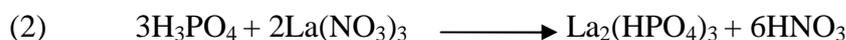
La mise en solution : l'attaque par H_2SO_4



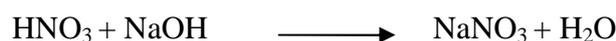
La neutralisation de l'excès de l'acide sulfurique:



La réaction de l'acide phosphorique : la mise en précipitation



Titration de l'acide nitrique :



D'après (1) $n(NH_4)_2HPO_4 = n(H_3PO_4)$

Et (2) $n(H_3PO_4) / 3 = n(HNO_3) / 6$

Avec $n \text{ NaOH} = n \text{ HNO}_3$

Donc $n \text{ H}_3\text{PO}_4 = \frac{n \text{ HNO}_3}{2} = \frac{n \text{ NaOH}}{2}$

$$n(H_3PO_4) = \frac{0,1 \times T_b \times 10^{-3}}{2}$$

Et on a la réaction: $2H_3PO_4 \longrightarrow P_2O_5 + 3H_2O$

Selon l'équation on a: $n(P_2O_5) = \frac{n(H_3PO_4)}{2}$

$$n(P_2O_5) = \frac{1}{4} \times 0,1 \times T_b \times 10^{-3}$$

On a $m(P_2O_5) = M(P_2O_5) \times n(P_2O_5) = 142 \times \frac{1}{4} \times 0,1 \times T_b \times 10^{-3}$

Coefficient de dilution: d=500/25

$$\frac{142}{4} \times Tb \times 10^{-4} \longrightarrow 25\text{ml}$$

$$m(\text{P}_2\text{O}_5) \longrightarrow 500\text{ml}$$

$$m(\text{P}_2\text{O}_5) = 5 \times 142 \times Tb \times 10^{-4} \longrightarrow \text{PE}$$

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 \longrightarrow 100\text{g}$$

$$\text{Donc on obtient : } \% \text{P}_2\text{O}_5 = 7,1 \times \frac{Tb}{PE}$$

Résultats d'étalonnage :

- **Solutions-étalons de P₂O₅**

Préparer des solutions-étalons à l'aide de phosphate monopotassique (KH₂PO₄) préalablement séché pendant deux heures à 110°C. Utiliser des produits purs pour l'analyse, de titre garanti et contrôlé titre d'exemple, il est possible d'opérer comme suit :

Constituer une solution-mère en introduisant 2.875 g de phosphate monopotassique (KH₂PO₄) dans une fiole jaugée de 1000 ml

Dissoudre dans environ 500 ml d'eau. Après dissolution. Compléter au trait de jauge la solution contient 1.5g/l en P₂O₅.

Préparer une solution fille contenant 150 mg/l en P₂O₅ à partir de la solution contenant 1.5 g/l en P₂O₅: diluer 100 ml de cette solution dans 1 litre d'eau distillée.

- **Préparation des étalons :**

Dans des fioles jaugées de 100 ml, préparer cinq solutions filles à partir de la solution-mère conformément au tableau ci-dessous: les introduire dans des fioles jaugées de 100 ml contenant déjà 25 ml de réactif vanadomolybdique et compléter au volume avec de l'eau distillée sans attendre. Agiter et laisser reposer au moins 15 mn et au plus 30 mn après la mise à volume.

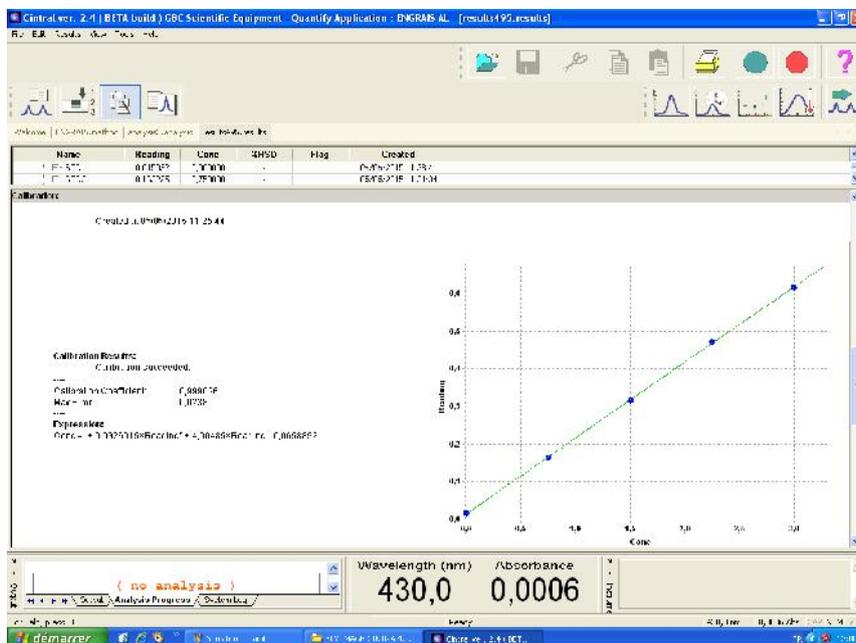
Solutions-témoins d'indice	Solution-fille en (ml)	Teneur en % P ₂ O ₅
T0	0	0
T1	5	7.5
T2	10	15
T3	15	22.5
T4	20	30

La courbe d'étalonnage permet de vérifier dans tout le domaine choisi une relation linéaire entre la réponse et les concentrations.

Une série de solutions d'étalons préparées selon la méthode d'essai.

Teneur en % P ₂ O ₅	0	7.5	15	22.5	30	Coefficient de corrélation
	Absorbances					
Série 1	0.000756	0.140625	0.280529	0.422458	0.562119	0.999994
série 2	0.016141	0.157134	0.298611	0.439965	0.583359	0.99999
Série 3	0.006475	0.144221	0.284455	0.425129	0.56474	0.99987
Série 4	0.003401	0.143799	0.281069	0.420208	0.562324	0.99969
Série 5	0.006112	0.150132	0.291722	0.433364	0.576805	0.999991
Série 6	0.016141	0.157134	0.298611	0.439969	0.583354	0.9999
Moyenne	0.008171	0.14884083	0.28916617	0.43018217	0.57211683	0.99990583

Représentation graphique de la courbe d'étalonnage



Références bibliographiques et webographiques

1. <http://www.ocpgroup.ma>.
2. Document du group OCP/IDJ., 2012, Chimie de procède de la production des engrais: PRAYON.
3. Manuel opératoire, 2013, Procédé PRAYON MK4. document révision1.
4. PEREIRA. F., 2003, Thèse de doctorat," Production d'acide phosphorique par attaque chlorhydrique de minerais phosphates avec réduction des nuisances environnementales et récupération des terres rares en tant que sous-produits", Ecole Nationale Supérieure des Mines", Saint-Etienne, France.
5. www.sienceamusante.net/wiki/index.php?title=Anhydride_phosphorique.
6. www.wikipédia.com
7. Fiche de validation des méthodes au laboratoire central.
8. JOUDI. M., 2013, Rapport de stage " Validation d'une méthode d'analyse de P2O5 par colorimétrie et par gravimétrie méthode de référence ", Université Chouaib Doukkali, EL Jadida.
9. ENNAJEH. S., 2013, Rapport de stage " Production et les analyses des engrais DAP" Université Chouaib Doukkali, EL Jadida.