



Licence Sciences et Techniques (LST)

# GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

**ETUDE DES CARACTERES PHYSIQUE DES ENGRAIS**

Présenté par :

◆ **MOHAMMED ANASS BENJEDIM**

Encadré par :

◆ **Mme AMARI JIHAN**

◆ **Pr J. ASSOUIK**

**Soutenu Le Juin 2016 devant le jury composé de :**

- **Pr ASSOUIK JAMAL**

- **Pr SKALLI MOHAMMED**

- **Pr CHAOUQI MOHAMMED**

**Stage effectué à Laboratoire Central de l'Office Chérifien des Phosphates à Jorf Lasfar**

**Année Universitaire 2015 / 2016**

---

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES – SAISS

*Dédicace*  
B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

Je dédie ce projet de fin d'études

A

Mon très cher père et à ma très chère mère

Pour leur soutien, les sacrifices

Et tous les efforts consentis

Pour mon éducation et

Ma formation

Je tiens à vous témoigner ma reconnaissance,

Mon amour et mon affection

## *Remerciements*

Ce travail a nécessité tout au long de sa réalisation l'aide et la coopération de plusieurs personnes.

Je tiens à remercier dans un premier temps, toute l'équipe pédagogique de la faculté des sciences et technique de Fès et les intervenants professionnels responsables de la formation de la licence professionnelle « Génie chimique » pour ces trois heureuses années d'enseignement et de collaboration et pour tous les efforts déployés pour mener à bien cette formation.

J'adresse mes très sincères remerciements à mon collègue encadrant de stage Monsieur KOUNBACH SAID chef technique du Laboratoire Central pour son aide, ainsi que les membres de juries composé de Pr ASSOUIK JAMAL, Pr CHAOUQI MOHAMMED et Pr SKALLI MOHAMMED pour leurs conseils précieux.

J'exprime ma gratitude à l'égard de l'ensemble du personnel du Laboratoire Central du complexe industriel OCP Jorf Lasfar, pour l'aide professionnelle au niveau du travail et leur disponibilité, Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde reconnaissance.

## Liste des abréviations :

OCP : L'Office Chérifien des Phosphates

IRSTEA : L'Institut de recherche en sciences et technologies pour l'environnement et l'agriculture

COMIFER : comité d'étude et de développement de la fertilisation raisonnée

SECO : le centre de compétence de la Confédération pour toutes les questions de politique économique.

CEMAGREF : IRSTEA avant changement de son nom

MAD : dirham marocain

QSE : un sigle désignant les domaines Qualité-Sécurité-Environnement

ICP : spectromètres à plasma

NPK: un sigle qui signifie azote, phosphore et potassium

MAP: Phosphore mono ammoniacale

DAP: Le phosphate diammonique

TSP: TRIPLE SUPER PHOSPHATE

## Liste des figures, des graphes et des tableaux

FIGURE 3 : LA PROFONDEUR D'ENRACINEMENT DES PLANTES, AVEC ET SANS FERTILISATION .....	9
FIGURE 4 : CARENCE EN P SUR MAIS S'EXPRIMANT PAR UN ROUGISSEMENT DES PREMIERES FEUILLES .....	9
FIGURE 5 : PHOTOSYNTHESE ET ROLE DES ENGRAIS.....	10
FIGURE 6 : ENGRAIS QUALITE (NPK) T15 .....	17
TABLEAU1 : RESULTATS DE SPHERICITE .....	18
GRAPHE 1 : SPHERICITE EN FONCTION DES JOURS (SERIES) .....	18
FIGURE 7 : EPROUVETTE 250 ML POUR MESURE LA DENSITE.....	20

<b>TABLEAU 2 : RESULTATS DE DENSITE NON TASSE.....</b>	<b>20</b>
<b>GRAPHE 2 : DENSITE NON TASSEE EN FONCTION DES JOURS (SERIES) .....</b>	<b>21</b>
<b>TABLEAU 3 : RESULTATS DENSITE TASSEE .....</b>	<b>22</b>
<b>GRAPHE 3 : DENSITE TASSEE EN FONCTION DES JOURS .....</b>	<b>23</b>
<b>FIGURE 8 : ENTONNOIR NORMALISE .....</b>	<b>24</b>
<b>TABLEAU 4 : RESULTATS DE TAUX D'ECOULEMENT .....</b>	<b>25</b>
<b>FIGURE 10 : PISTON 2500(N) POUR MESURE DE DURETE.....</b>	<b>27</b>
<b>TABLEAU 5 : RESULTATS DE DURETE.....</b>	<b>27</b>
<b>GRAPHE 5 : DURETE EN FONCTION DES JOURS .....</b>	<b>28</b>

## **TABLE DES MATIERES**

<b>INTRODUCTION</b> .....	<b>1</b>
<b>CHAPITRE 1 : PRESENTATION DE L'ORGANISME D'ACCUEIL</b> .....	<b>2</b>
1.Historique sur la création de l'OCP :.....	2
2.Présentation du Maroc Phosphore III et IV de Jorf Lasfar : .....	3
3.Présentation du Laboratoire Central (LC). .....	5
<b>CHAPITRE 2 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE :</b> .....	<b>8</b>
1.Généralités sur les engrais :.....	8
2.Le rôle des engrais dans la fertilisation des sols :.....	8
3.Les différents types d'engrais :.....	10
4.Procédé de fabrication des engrais :.....	11
5.Les caractéristiques physiques des engrais : .....	14
6.Etude statistique : .....	15
<b>CHAPITRE 3 : ETUDE EXPERIMENTAL</b> .....	<b>16</b>
1. Les analyses effectuées :.....	16
2. Résultats : .....	17
<b>CONCLUSION.</b> .....	<b>ERREUR ! SIGNET NON DEFINI.</b>

## INTRODUCTION

Dans le cadre de notre troisième année de licence professionnelle en génie chimique à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès, nous avons conventionné pour un stage d'un mois, qui a été effectué au Laboratoire d'Analyses et control de qualité d'OCP à Jorf Lasfar, sous thème d'étude des caractères physique des engrais.

En effet, ce laboratoire réalise des analyses physico-chimiques sur différent types d'engrais (La dureté, La friabilité, Taux de poussière, Résistance à la reprise d'humidité, Analyse de l'azote, Analyse des phosphates, Analyse du potassium , Analyse du calcium et du magnésium...), dans le but de fournir ces résultats avec un gage de confiance reconnu, le laboratoire d'Analyses et control de qualité d'OCP prévoit d'être agréé par le Ministère de l'Industrie, de Commerces et des Nouvelles technologies. De ce fait, la reconnaissance de ses compétences par le service marocain d'accréditation (SEMAG) est demandée au laboratoire.

Dans notre rapport on va étudier 5 caractères physique des engrais (taux d'écoulement, sphéricité, densité tassée, densité non tassée et la dureté) en procédant par :

- Présentation de l'organisme d'accueil
- Étude bibliographique
- Étude expérimentale
- Conclusion

# CHAPITRE 1 : Présentation de l'organisme d'accueil

## 1. Historique sur la création de l'OCP :

### Vue générale :

L'Office Chérifien des Phosphates a été créé en 1920, il y a eu expédition du premier navire depuis le port de Casablanca chargé de phosphate en provenance de la zone de Khouribga :

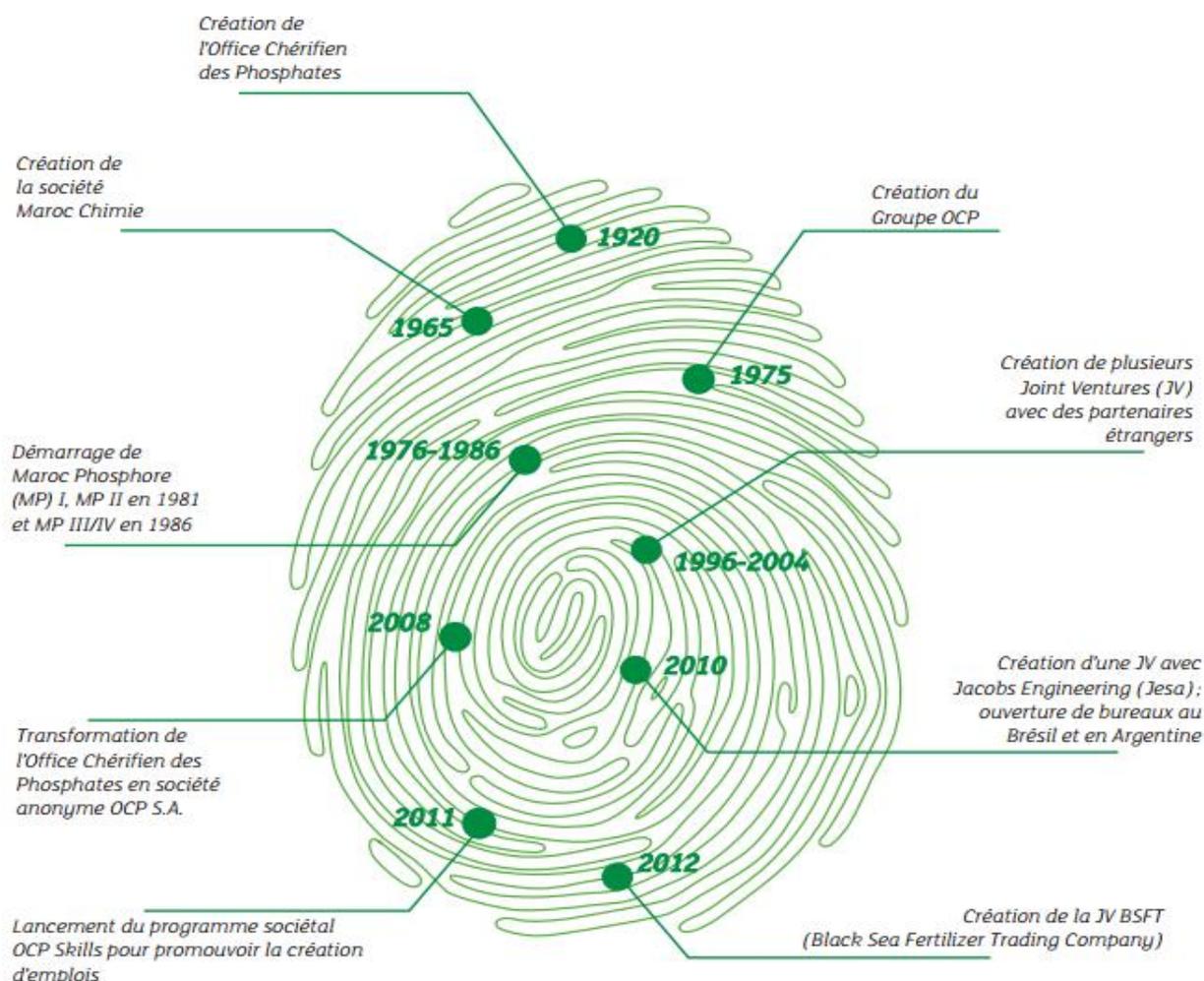


Figure 1 : Organigramme du Group OCP

L'OCP a opté, dès le début des années 70, pour une politique de valorisation soutenue, afin de renforcer sa position dans le commerce international du phosphate. Il s'est fixé comme objectif, la valorisation et le traitement sur place, du minerai extrait. Ainsi, plusieurs unités chimiques ont été construites, telles que : Maroc Chimie, Maroc Phosphore I et II à Safi, Maroc Phosphore III et IV à Jorf Lasfar. En tant que leader mondial sur le marché des phosphates et de ses dérivés. Avec près de 30% de part de marché mondial, l'OCP est le premier exportateur de la roche phosphatée et d'acide phosphorique ainsi que l'un des plus grands producteurs d'engrais dans le monde.

## 2.Présentation du Maroc Phosphore III et IV de Jorf Lasfar :

Le site de Jorf Lasfar a été choisi pour la création d'un grand ensemble industriel chimique, ce choix est dû à :

- La proximité des zones phosphatées de Khouribga.
- La présence des fonds marins importants permettant la construction d'un port en eau profonde ;
- L'existence d'un réseau de communication développé et la facilité de raccordement du site au réseau ferroviaire ;
- Les possibilités offertes en matière d'approvisionnements en eau de mer et en eau douce.

Le Maroc Phosphore permet de produire annuellement 1.800.000 tonnes de  $P_2O_5$  sous forme d'acide phosphorique et 3,4 millions de tonnes d'engrais nécessitant la transformation d'environ 2/3 du Tonnage de phosphate en provenance de Khouribga qui est de 18.5000.000 tonnes.

Le complexe MAROC PHOSPHORE III et IV comprend plusieurs ateliers :

✓ Atelier sulfurique :

- ❖ Six unités de production d'acide sulfurique monohydrate de capacité 2.650 T/j chacune, utilisant le procédé à double absorption permettant d'obtenir de bons rendements.

✓ Atelier phosphorique :

- ❖ 8 unités de broyage de phosphate de capacité unitaire 100T/h pour les trois unités, fonctionnant selon le procédé Rhône-Poulenc (France) et 150 T/h pour les cinq autres unités fonctionnant selon le procédé OCP.
- ❖ 8 unités de production d'acide phosphorique dont 3 fonctionnent selon le procédé Rhône-Poulenc (France) de capacité unitaire 500  $TP_2O_5/j$  et 5 selon le procédé OCP de capacité unitaire 700 T  $P_2O_5 /j$ .
- ❖ 16 échelons de concentration de capacité unitaire 300  $TP_2O_5/j$ .
- ❖ 4 échelons de concentration de capacité unitaire 275  $TP_2O_5/j$  (procédé OCP).
- ❖ Décanteurs, désursaturateurs et bacs de stockage.

✓ Atelier engrais :

Quatre unités de production de DAP (Di-ammoniac Phosphate) dont deux peuvent produire du TSP (Triple super Phosphate). L'atelier des engrais a été récemment adapté pour produire du MAP (Mono

Ammonium Phosphate) granulé ainsi que des engrais NPK (Azote Phosphore Potassium) pour le marché local

✓ Atelier des utilités :

- ❖ Un central thermoélectrique avec 3 groupes turboalternateurs de 37 MW chacun.
- ❖ Un réservoir d'eau douce et une station de traitement de 2.000m<sup>3</sup>/h.
- ❖ Une station de reprise d'eau de mer de 60.000m<sup>3</sup>/h.
- ❖ Une station de compression d'air.

✓ Installations portières :

- ❖ Hangar de stockage de soufre solide (30000 tonnes).
- ❖ Unité de fusion filtration de soufre.
- ❖ 3 Bacs de stockage de soufre liquide (15000 tonnes chacun).
- ❖ Bacs de stockage d'acide sulfurique et de soude caustique.
- ❖ 2 Bacs atmosphériques de stockage d'ammoniac (15000 tonnes chacun).
- ❖ Station de filtration et de pompage d'eau de mer.
- ❖ Station d'ensachage des engrais destinés à l'exploitation.
- ❖ Des installations de chargement et de déchargement.

✓ Les principaux hangars et bacs de stockage :

- ❖ 1 hangar pour le soufre solide.
- ❖ 4 hangars pour le phosphate.
- ❖ 7 hangars pour les engrais.
- ❖ 2 bacs au port et 12 à l'usine pour le soufre liquide ,14 bacs pour P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.
- ❖ 2 bacs pour acide phosphorique purifié.

lifigure

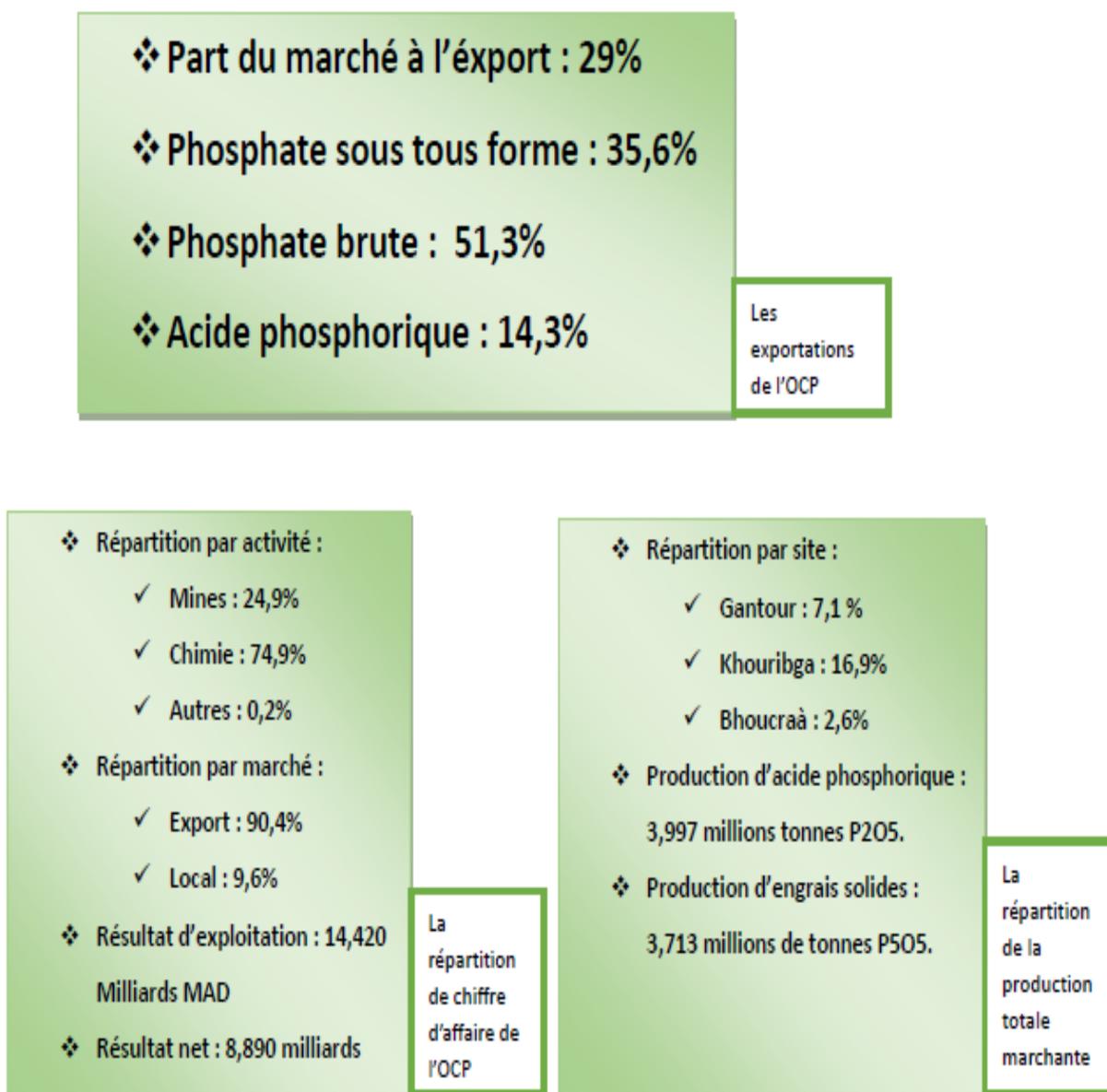


figure 2 :liste d'exportation et de production

### 3.Présentation du Laboratoire Central (LC).

Le laboratoire central a pour mission générale de contribuer à la réalisation, au moindre coût des objectifs de la Direction par son contrôle et par les présentations fournies dans le domaine de la qualité des produits.

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

La gestion du service est assurée conformément à l'ordre de service N0 765 en vigueur par :

Le responsable qualité, le coordinateur sécurité, le responsable de direction QSE ;

Le coordinateur environnement, le responsable technique, le responsable métrologie.

Le laboratoire central dispose des cellules suivantes :

### **1. Cellule technique.**

Elle comprend les sections techniques qui ont pour mission d'effectuer, pour le compte des différents ateliers de Maroc Phosphore JORF LASFAR, IMACID et EMAPHOS, des analyses chimiques, physiques et granulométriques. Environ 500 000 déterminations par an sont ainsi effectuées.

#### ➤ **Section phosphate 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 engrais de Maroc Phosphore JORF LASFAR et l'atelier phosphorique d'IMACID ainsi que les analyses granulométriques des phosphates et des engrais.

#### ➤ **Section Utilités, Sulfurique et Environnement**

Cette section a la charge de réaliser les analyses nécessaires aux ateliers sulfuriques, centrales et traitement des eaux (TE) de Maroc Phosphore JORFLASFAR et d'IMACID.

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

En outre, cette section assure le suivi des émissions des produits gazeuses et des rejets liquides et solides de tout l'ensemble Industriel de JORF LASFAR.

#### ➤ **Section prétraitement et purification**

Cette section réalise le contrôle et le suivi de produits de l'unité de prétraitement. Elle effectue aussi des analyses physico- chimiques et granulométriques.

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

- ❖ Les spectromètres à plasma (ICP).
- ❖ Les analyseurs automatiques du  $P_2O_5$  et du carbone organique.
- ❖ Le spectrophotomètre d'absorption atomique.

- ❖ Les spectrophotomètres UV-VISIBLE.
- ❖ Les pH-mètres, les conductimètres, les ionomètres, les potentiographes, les densimètres automatiques, les turbidimétries, et d'autre.
- ❖ Les balances, les étuves, les fours, les turbidimétries, et d'autre.
- ❖ Les broyeurs, les tamiseuses, et d'autre.
- ❖ Appareil karl fischer.

➤ **Section préparation des réactifs et étalons.**

Elle s'intéresse à la préparation des réactifs et les étalons utilisés par le laboratoire lui-même.

## **2. Cellule gestion :**

Elle comprend :

- **Section des équipements**
- **Section des Produits et Matériel consommable**
- **Section de Gestion du personnel**

## **3. Cellule qualité, métrologie, environnement et sécurité :**

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 **ISO 14001**. 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.

## **CHAPITRE 2 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE :**

### **1.Généralités sur les engrais :**

#### **1.Définition des engrais :**

Les engrais sont des composés chimiques qui donnent au sol les éléments fertilisants dont il a besoin. Ces éléments peuvent exister naturellement dans le sol ou y sont apportés artificiellement sous différentes formes :

Sous forme stable dans la solution sol, ces engrais sont presque immédiatement utilisés par la plante ;

Sous forme de cations ou d'anions échangeables, fixés par le complexe adsorbant du sol, ces ions sont progressivement mis à la disposition de la plante.

#### **2.Les différentes formes d'engrais :**

Les engrais peuvent se présenter sous différentes formes solides ou liquides.

- Les engrais pulvérulents : sont constitués de fines particules d'une dimension maximale de 2 à 3 mm, cette forme est de moins en moins utilisée.
- Les engrais granulés : sont sous forme de particules solides de taille comprise entre une limite inférieure et une limite supérieure le plus souvent entre **2 et 4 mm**
- Les engrais liquides : sont des solutions aqueuses de sels fertilisant.

### **2.Le rôle des engrais dans la fertilisation des sols :**

Si nous voulons obtenir de bons rendements, nous devons fournir aux cultures les éléments dont le sol n'est pas suffisamment pourvu. Les engrais permettent souvent de doubler et même de tripler les rendements.

L'efficacité des engrais et la réponse des cultures à la fertilisation sur un sol donné sont des éléments qui peuvent être facilement étudiés par apports de différentes doses d'engrais à des parcelles adjacentes et par mesure et comparaison des rendements culturaux obtenus.

De tels essais peuvent servir aussi à montrer un autre aspect très important de la fertilisation, à savoir que les engrais assurent aussi une utilisation plus efficace de la terre et notamment de l'eau. Ce sont des facteurs importants dans les régions à faibles précipitations ou dans des situations où l'irrigation est nécessaire ; tel est le cas où le rendement par unité d'eau utilisée pourrait être plus que doublé.

En sol pauvre, les engrais augmentent la profondeur des racines.

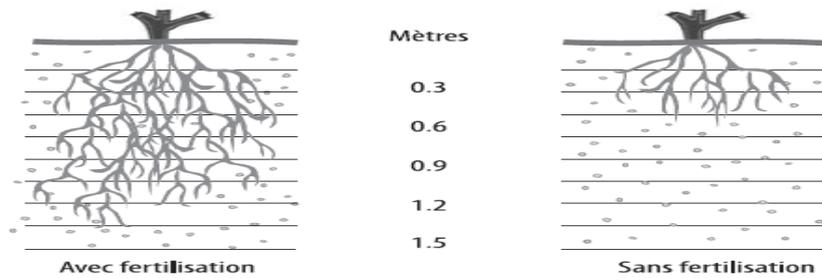


Figure 3 : La profondeur d'enracinement des plantes, avec et sans fertilisation

Les sols peuvent être pauvres en éléments nutritifs, soit naturellement, soit à cause des prélèvements effectués par les cultures pendant plusieurs années ou encore du fait que l'on cultive des variétés à haut rendement qui sont plus exigeantes en éléments nutritifs.

Parmi les macroéléments, dont la plante a besoin en grandes quantités pour sa croissance, on trouve l'azote, le phosphore et le potassium.

**Azote (N) :** Il est le moteur de la croissance végétale. Il représente 1 à 4 pour cent de la matière sèche végétale. Il est prélevé dans le sol sous forme soit nitrique ( $\text{NO}_3^-$ ) soit ammoniacale ( $\text{NH}_4^+$ ). Un bon apport d'azote à la plante est aussi important pour l'absorption d'autres éléments nutritifs.

**Phosphore (P) :** Il compte pour 0,1 à 0,4 pour cent de la matière sèche, et joue un rôle déterminant dans le transfert d'énergie. Ainsi il est indispensable à la photosynthèse et aux autres processus chimico-physiologiques de la plante.



Figure 4 : Carence en P sur maïs s'exprimant par un rougissement des premières feuilles

**Potassium (K):** Il représente 1 à 4 pour cent de la matière sèche de la plante et ses fonctions sont multiples. Il active plus de 60 enzymes (substances chimiques qui gouvernent la vie). Il joue ainsi

un rôle vital dans la synthèse des hydrates de carbone et des protéines. K améliore le régime hydrique de la plante et accroît sa tolérance à la sécheresse, au gel et à la salinité.

Les plantes bien alimentées en potassium sont moins sensibles aux maladies.



Figure 5 : Photosynthèse et rôle des engrais

### 3. Les différents types d'engrais :

#### Terminologie des engrais :

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

Le simple superphosphate SSP : 18 % en  $P_2O_5$

Le triple superphosphate TSP : 45 % en  $P_2O_5$

Engrais composés : Ce sont des engrais ayant des teneurs déclarées en au moins deux éléments fertilisants majeurs. Il s'agit des engrais binaires (NP, PK, NK) ou des engrais ternaires (NPK).

Les teneurs des éléments fertilisants des engrais sont exprimées en Azote (N), en Anhydride Phosphorique ( $P_2O_5$ ) et en oxyde de potassium ( $K_2O$ ).

Dans le cas des engrais composés des teneurs exprimés en pourcentage de masse dans la formule de l'engrais et qui est dans l'ordre suivant : N -  $P_2O_5$  -  $K_2O$ .

(binaires) :

Le phosphate mono-ammoniaque : MAP (11-55-0)

Le phosphate daïmonique : DAP (18-46-0)

Le sulfophosphate d'ammonium : ASP (19-38-0)

(ternaires):

A partir des engrais composés binaires cités ci-dessous on peut fabriquer des engrais ternaires, par l'addition physique de composés tels que, le chlorure de potassium KCl ou le sulfate de potassium  $K_2S$ .

Le Maroc produit 5 types d'engrais qui sont désignés par : **DAP, MAP, NPK, ASP et TSP**. L'atelier de production des engrais à JORF LASFAR est composé de :

- ❖ Quatre lignes parallèles de granulation dont deux peuvent produire, en plus du DAP et du MAP, le TSP. Chaque ligne est dimensionnée pour une capacité de production de 90 tonnes par heure. Ces lignes fonctionnent conformément au procédé JACOBS.
- ❖ Deux nouvelles lignes pouvant produire du DAP et du MAP. Chacune est dimensionnée pour une capacité de production de 120 tonnes par heure.
- ❖ Pour l'engrais NPK, la désignation retenue reflète sa formulation en termes d'éléments chimiques qui le composent et qui sont l'azote, le phosphore et le potassium. Les pourcentages de ces éléments sont donnés en le considérant présent sous forme respectivement de  $N_2$ , de  $P_2O_5$  et de  $KO_2$ . Les matières premières employées dans la production de cet engrais sont respectivement :
  - \* Acide phosphorique à des concentrations de 29% et 54%  $P_2O_5$
  - \* Ammoniac liquide, gaz.
  - \* Acide sulfurique.

## 4.Procédé de fabrication des engrais :

### 1. Principe de fabrication :

La fabrication des engrais azotés consiste à neutraliser l'acide phosphorique par de l'ammoniac, ce qui donne lieu à une réaction de neutralisation exothermique.

Le procédé consiste à effectuer la neutralisation en deux étapes :

Une pré neutralisation de l'acide phosphorique par  $NH_3$  jusqu'à un RM = 1,4 pour le DAP et RM = 0,6 pour le MAP ce qui correspond à une fluidité maximale de la bouillie et des pertes moindre en ammoniac par tension de vapeur. Cette première étape s'effectue dans un réacteur agité d'une capacité totale de 80 m<sup>3</sup> appelé Préneutraliseur (PN).

Une ammonisation complémentaire jusqu'à obtention d'un RM = 1,8 pour DAP et RM = 1 pour le MAP, ce qui favorise la cristallisation. Ce deuxième stade

est réalisé à l'aide d'une rampe d'ammonisation installée dans un tambour de granulation appelé granulateur.

On constate que la chaleur dégagée aux deux stades de la réaction provoque l'évaporation de la plus grande quantité d'eau introduite du fait de la dilution de l'acide phosphorique. Ainsi toute la masse gazeuse (dégagée du PN et du granulateur) est récupérée pour subir un traitement au niveau de la section de lavage en vue d'améliorer le rendement en NH<sub>3</sub> par fixation de l'ammoniac n'ayant pas réagi au cours des deux étapes de neutralisation par les solutions acides de la section lavage.

La fabrication du DAP et MAP selon le procédé JACOBS comporte six étapes principales :

Les réactions.

La granulation.

Le séchage.

La classification granulométrique.

Le conditionnement du produit.

Assainissement, dépoussiérage et lavage des gaz.

Les phosphates d'ammonium sont dans l'ensemble du monde, les engrais phosphatés les plus utilisés grâce à leurs dosages élevés et leurs propriétés physiques.

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

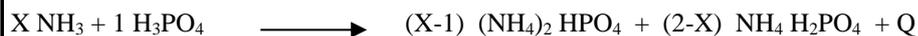
➤ **Neutralisation de l'acide phosphorique :**



➤ **Le rapport molaire :**

Pour cette 1<sup>ère</sup> ammonisation, le rapport doit être d'environ 0,6 pour le MAP et 1.4 pour le DAP.

**Pratiquement, si X est le rapport molaire, la réaction globale de neutralisation s'écrit :**



➤ **La densité de la bouillie :**

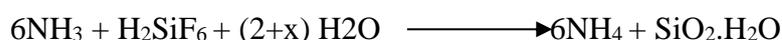
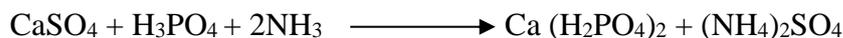
La densité de la bouillie est une indication de la concentration du mélange et du pourcentage de P2O5 dans le préneutraliseur. Elle est contrôlée toute les trente minutes à l'aide d'un densimètre.

➤ **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.

**L'acide phosphorique utilisé contient des impuretés qui vont donner des réactions secondaires :**



➤ **Les principaux paramètres qui régissent la réaction sont :**

La température du mélange réactionnel.

Le rapport molaire de la bouillie.

La densité de la bouillie.

Le niveau de la bouillie dans le préneutraliseur.

Ces paramètres doivent être contrôlés de manière que le produit obtenu présente les meilleures caractéristiques physico-chimiques répondant aux normes de la qualité.

Ces réactions se déroulent dans un réacteur continu parfaitement agité appelé préneutraliseur muni d'un agitateur permettant un mélange parfait du milieu réactionnel. En effet l'agitation crée une turbulence qui favorise un meilleur contact des matières mises en jeu.

## 5. Les caractéristiques physiques des engrais :

### Résistance à la prise en masse :

La prise en masse d'un engrais ou mottage est un problème aux conséquences néfastes ; elle dépend de plusieurs facteurs tels que l'humidité relative de l'air, l'enrobage.

### Densité tassée :

Le Densité tassée est un instrument dédié à la mesure de densité tapée des poudres et des granulés (de taille maximale 5 mm). Il répond à la norme ASTM D4164. L'échantillon est versé dans un cylindre gradué (habituellement de 250 ml). Un compteur de coups à 4 digits est inclus et qui peut être programmé pour un grand nombre dédié de coups selon les normes DIN-ASTM-UNICHIM-FEPA. Quand l'opération est terminée, le volume tapé est lu sur l'éprouvette graduée.

- Livré prêt à l'emploi avec 2 cylindres gradués de 100 ml et 250 ml.

### Sphéricité :

La géométrie des particules ainsi que leur état de surface influence l'écoulement de l'engrais et son mode de dispersion.

### Dureté :

La dureté se mesure par la force ou le poids nécessaire pour rompre un granulé. Elle doit dépasser 3 kgf (ou 30 N). Plus les granulés sont durs, moins ils risquent de se désagréger sous l'impact des pâles de l'épandeur.

**Taux de poussière :** La teneur en poussière de l'engrais se mesure dans une colonne de 1 m de haut dans laquelle l'engrais et l'air circulent en sens inverse. La poussière doit représenter moins de 0.1%, supérieure à cette valeur, elle compromet son pondabilité.

### Taux d'écoulement :

Le taux d'écoulement décrit la fluidité de l'engrais. Il indique la facilité avec laquelle les granulés se déplacent sous l'effet de la gravité. Les valeurs standards d'écoulements dans un entonnoir standardisé vont de 4 à 8 Kg à la minute.

## 6. Etude statistique :

### 1. Quelques définitions

✓ **La répétabilité :**

Conditions où les résultats d'essai indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur, utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps.

✓ **Justesse :**

Etroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une large série de résultats d'essais et une valeur de référence acceptée.

La valeur de référence peut être connue "a priori" parce que l'on utilise un étalon certifié, ou être le résultat d'une méthode de référence reconnue juste.

✓ **Fidélité :**

Etroitesse de l'accord entre des résultats indépendants obtenus sous des conditions stipulées.

Conditions de répétabilité : individus d'essai identiques, même laboratoire, même opérateur utilisant le même équipement, dans un court laps de temps.

✓ **Moyenne de l'échantillon :**

$$\bar{x}_i = \frac{\sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}}{n_i}$$

✓ **Variance ( $S^2$ ) =** moyenne de l'écart au carré de valeurs par rapport à la moyenne :

$$s_i^2(x) = \frac{\sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2}{n_i - 1}$$

✓ **Écart-type (S) =** Racine carrée de la variance :

$$s(x) = \sqrt{s^2(x)}$$

## **CHAPITRE 3 : ETUDE EXPERIMENTAL**

### **1. Les analyses effectuées :**

Les études de ces analyses physiques comportent trois étapes :

- L'échantillonnage.
- L'analyse.
- L'interprétation.

#### **1-L'échantillonnage :**

L'échantillonnage est primordial car il conditionne la pertinence de l'analyse. Il doit être de qualité mais également représentatif de ce que l'on veut analyser.

Les échantillons d'eau doivent être prélevés dans des boîtes propres, rincés plusieurs fois avec l'eau distillée et séchées puis fermées (éviter une prise d'humidité).

#### **2- analyse.**

Les analyses sont effectuées hebdomadairement sur des différentes qualités d'engrais (DAP, MAP, NPK, ASP et TSP.), afin d'envoyer les résultats le plus vite possible aux autres services (exportation, analyse chimique, ...).

### **Résultat expérimental.**

Ces analyses sont effectuées sur des engrais de qualité NPK (T15)



Figure 6 : engrais qualité (NPK) T15

## 2. Résultats :

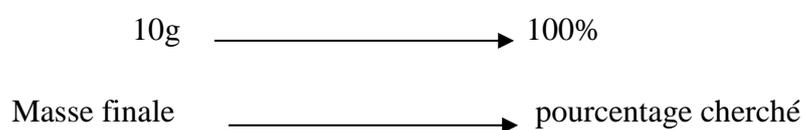
### 1.Sphéricité :

#### Mode opératoire :

Pour la sphéricité, on pèse 10 g des engrais et on les déverse sur un plan incliné, on compte ceux qui arrivent à l'extrémité de ce plan, puis on les pèse.

#### Expression des résultats :

La sphéricité est exprimée en pourcentage :



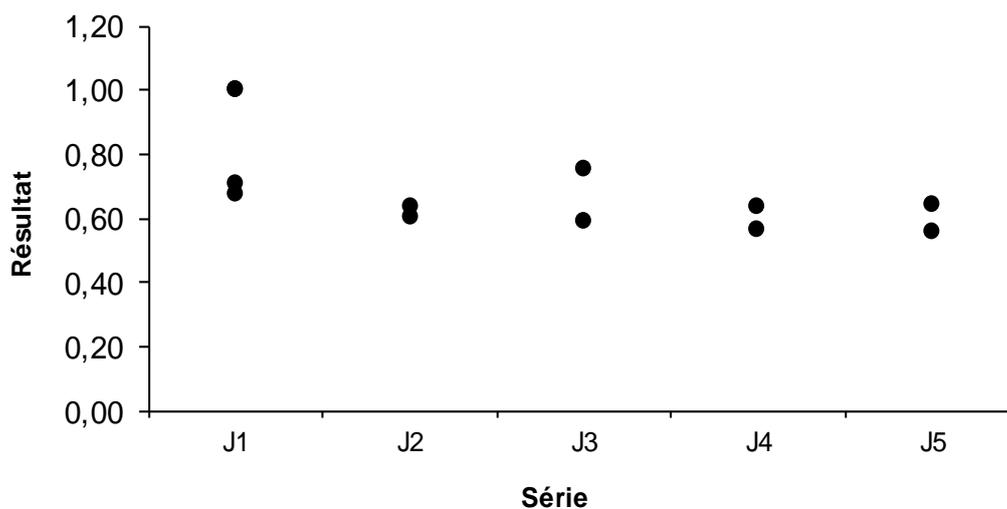
Les résultats sont exprimés sur le tableau suivant :

Tableau 1 : résultats de Sphéricité

Jours	Résultats		répétitions	Moyenne	Variance
Série	n°1	n°2	$r_i$	$\bar{z}_i$	$S_i^2$
J1	0,68	0,71	2	0,69	0,001
J2	0,60	0,64	2	0,62	0,001
J3	0,75	0,59	2	0,67	0,013
J4	0,64	0,57	2	0,60	0,002
J5	0,64	0,56	2	0,60	0,004

Ces valeurs sont exprimées sur le graphe suivant :

### Représentation des résultats



Graphe 1 : sphéricité en fonction des jours (séries)

Grace au logiciel « Excel », les valeurs sont entrées en % afin d'obtenir les résultats suivante (calculs et graphe) :

Moyenne générale	$\bar{z}$	0,63701
Ecart-type de fidélité intermédiaire : $s_{FI}$		0,06328
CV de fidélité intermédiaire $CV_{FI}$ en %		9,9%
Nombre de jours		5
Nombre de répétitions par série r		2
Variance de répétabilité :	Nombre de séries	0,00400
Variance des moyennes :	$s(\bar{z}_i)^2$	0,00190
Variance inter-séries : $s_B^2$		0,00000
Variance de fidélité intermédiaire $s_{FI}^2$		0,00400
Ecart-type de répétabilité : $s_{répét}$		0,06328
CV de répétabilité $CV_{répét}$ en %		9,9%

### Interprétations :

Le tableau suivant résume les valeurs de sphéricité recommandée par (IRSTEA et COMIFER) :

Test	Sphéricité
Valeur recommandée (Irstea -COMIFER)	> à 60 %
Exigence SECO	> à 70 %

La moyenne générale est 0.63 (63%) D'après le tableau suivant les résultats expérimentaux sont valides.

### 2.Densité non tassée :

#### Mode opératoire :

Un cylindre (éprouvette) de volume déterminé (250ml) est rempli d'engrais à l'aide d'un entonnoir sans tasser le volume, puis pesé.



Figure 7 : éprouvette 250 ml pour mesuré la densité

**Expression des résultats :**

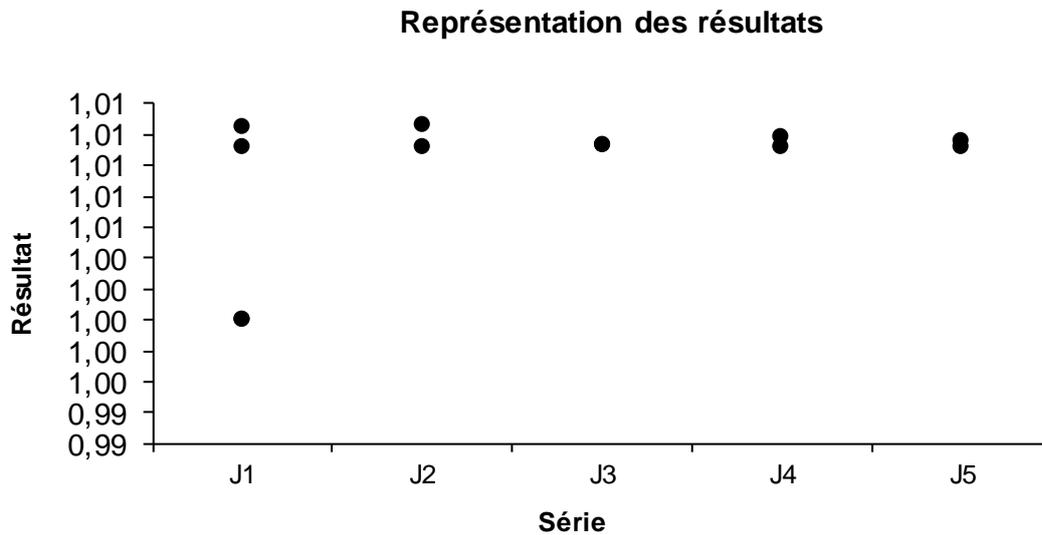
$$d = \frac{\rho_{\text{corps}}}{\rho_{\text{réf}}}$$

Les résultats sont exprimés dans le tableau suivant :

Tableau 2 : résultats de densité non tassé

Jours	Résultats		répétitions	Moyenne	Variance
Série	n°1	n°2	r <sub>i</sub>	$\bar{z}_i$	S <sub>i</sub> <sup>2</sup>
J1	1,01	1,01	2	1,01	0,000
J2	1,01	1,01	2	1,01	0,000
J3	1,01	1,01	2	1,01	0,000
J4	1,01	1,01	2	1,01	0,000
J5	1,01	1,01	2	1,01	0,000

Ces valeurs sont exprimées sur le graphe suivant :



Graphe 2 : densité non tassée en fonction des jours (séries)

Grace au logiciel « Excel », les valeurs sont entrées afin d'obtenir les résultats suivante (calculs et graphe) :

Moyenne générale $\bar{z}$	1,01157
Ecart-type de fidélité intermédiaire : $s_{FI}$	0,00070
CV de fidélité intermédiaire $CV_{FI}$ en %	0,1%
Nombre de jours	5
Nombre de répétitions par série r	2
Variance de répétab Nombre de séries n	0,00000
Variance des moyennes : $s(\bar{z}_i)^2$	0,00000
Variance inter-séries : $s_B^2$	0,00000
Variance de fidélité intermédiaire $s_{FI}^2$	0,00000
Ecart-type de répétabilité : $s_{répét}$	0,00070
CV de répétabilité $CV_{répét}$ en %	0,1%

### Interprétation :

Le tableau suivant résume les valeurs de densité recommandée par (IRSTEA et COMIFER) :

Test	Densité engrais azoté	Densité engrais composé
Valeur recommandée	0.85 à 0.95 kg/l	0.90 à 1.20 kg/l

(CEMAGREF- COMIFER)		
Exigence SECO	0.95 à 1.05 kg/l	1.00 à 1.28 kg/l

La moyenne générale est de 1.011 Donc les résultats obtenus sont valides

### 3.densité tassée :

Un cylindre (éprouvette) de volume déterminé (250ml) est rempli d'engrais à l'aide d'un entonnoir en tassant le volume à l'aide d'un bâton jusqu' en arrivant à 250 ml, puis on pèse.

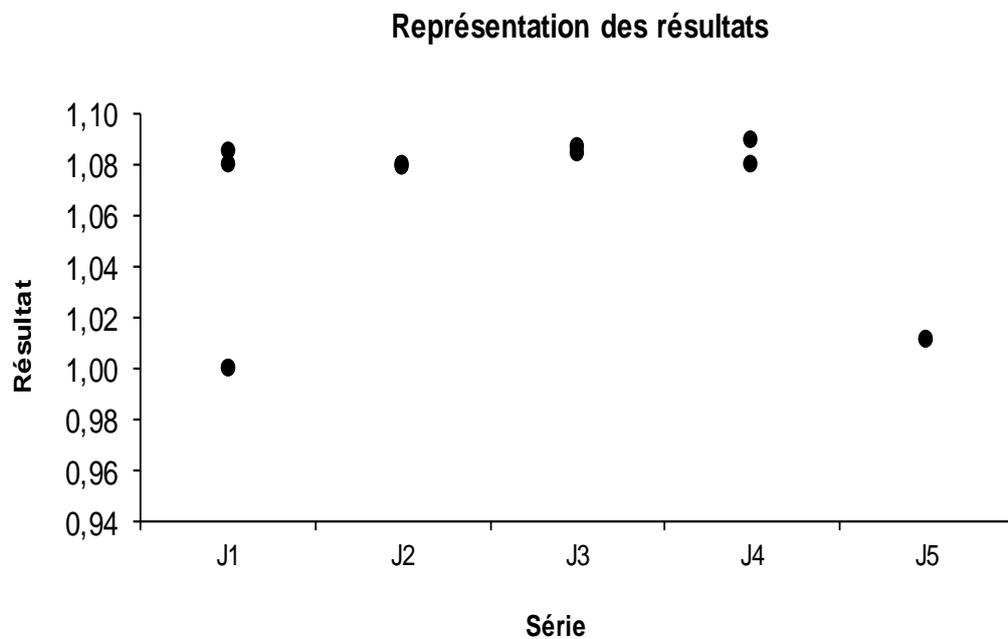
Les résultats sont exprimés sur le tableau suivant :

### Expression des résultats :

Tableau 3 : résultats densité tassée

Conditions de fidélité intermédiaire des séries	Résultats du matériau de référence dans une série				Nombre de répétitions
	Série	n°1	n°2	$r_i$	
J1	1,08	1,09	2	1,08	0,000
J2	1,08	1,08	2	1,08	0,000
J3	1,09	1,08	2	1,09	0,000
J4	1,09	1,08	2	1,08	0,000
J5	1,01	1,01	2	1,01	0,000

Ces valeurs sont exprimées sur le graphe suivant :



Graphe 3 : densité tassée en fonction des jours

Grace au logiciel « Excel », les valeurs sont entrées afin d'obtenir les résultats suivante (calculs et graphe) :

Moyenne générale $\bar{z}$	1,06889
Ecart-type de fidélité intermédiaire : $s_{FI}$	0,03235
CV de fidélité intermédiaire $CV_{FI}$ en %	3,0%
Nombre de jours	5
Nombre de répétitions par série $r$	2
Variance de répétabilité : $s_{répét}^2$	0,00001
Variance des moyennes : $s(z_i)^2$	0,00104
Variance inter-séries : $s_B^2$	0,00103
Variance de fidélité intermédiaire $s_{FI}^2$	0,00105
Ecart-type de répétabilité : $s_{répét}$	0,00367
CV de répétabilité $CV_{répét}$ en %	0,3%

### Interprétation :

Le tableau suivant résume les valeurs de densité non tassée recommandée par (IRSTEA et COMIFER) :

Test	Densité engrais azoté	Densité engrais composé
Valeur recommandée (IRSTEA-COMIFER)	1.00 à 1.05 kg/l	1.09 à 1.20 kg/l
Exigence SECO	1.016 à 1.07 kg/l	1.11 à 1.28 kg/l

La moyenne générale est 1.068 Donc les résultats trouver sont justes et valides

#### 4. Taux d'écoulement :

Pour le taux d'écoulement, on déverse un échantillon de 3 kg d'engrais dans un entonnoir normalisé. On mesure ensuite le temps qu'il faut pour que 3 kg d'engrais traversent l'entonnoir.



Figure 8 : entonnoir normalisé



figure 9 : entonnoir pour mesure de coulabilité

#### Expression des résultats :

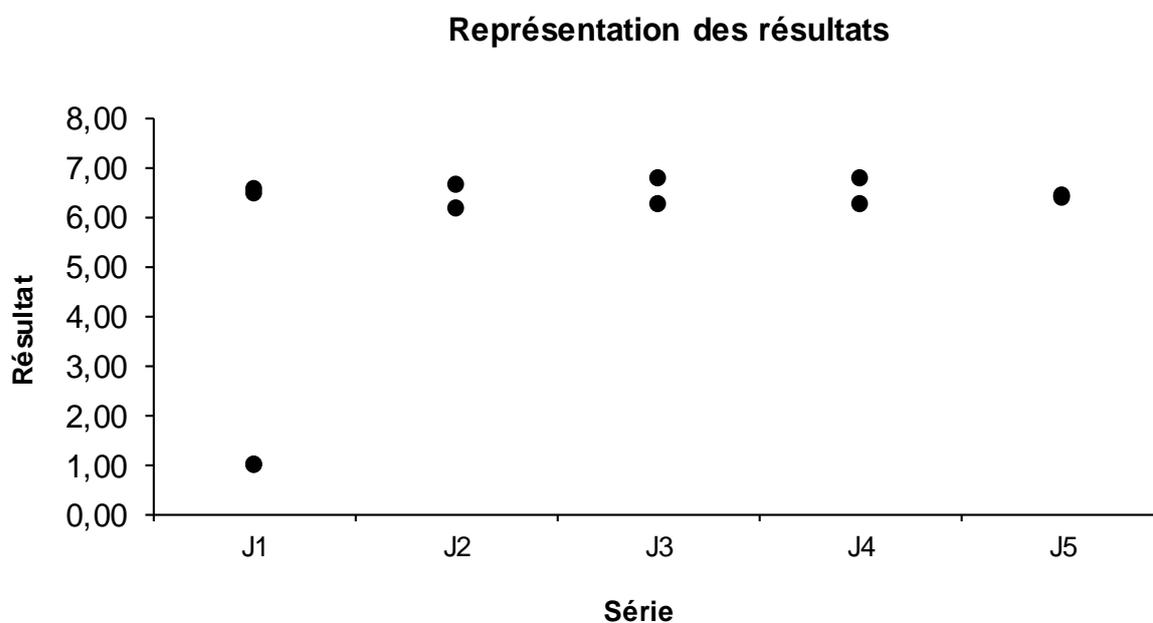
$$t_{\text{temps mesuré}} * 60 * 10^{-3} / m_{\text{prise d'essai}}$$

Les résultats sont exprimés sur le tableau suivant :

Tableau 4 : résultats de taux d'écoulement

Jours	Résultats		répétitions	Moyenne	Variance
Série	n°1	n°2	$r_i$	$\bar{z}_i$	$S_i^2$
J1	6,52	6,47	2	6,50	0,001
J2	6,62	6,15	2	6,39	0,110
J3	6,75	6,24	2	6,50	0,130
J4	6,75	6,24	2	6,50	0,130
J5	6,35	6,42	2	6,39	0,002

Ces valeurs sont exprimées dans le graphe suivant :



Graph 4 : taux d'écoulement en fonction des jours

Grace au logiciel « Excel », les valeurs sont entrées afin d'obtenir les résultats suivante:

Moyenne générale	$\bar{z}$	6,45140
Ecart-type de fidélité intermédiaire :		0,27366
CV de fidélité intermédiaire $CV_{FI}$ en %		4,2%
Nombre de jours		5
Nombre de répétitions par série r		2
Variance de répétabilité :	Nombre de	0,07489
Variance des moyennes :	$s(\bar{z}_i)^2$	0,00367
Variance inter-séries :	$s_B^2$	0,00000
Variance de fidélité intermédiaire $s_{FI}^2$		0,07489
Ecart-type de répétabilité :	$S_{répét}$	0,27366
CV de répétabilité $CV_{répét}$ en %		4,2%

### Interprétation :

Le tableau suivant résume les valeurs de taux d'écoulement recommandée par (IRSTEA et COMIFER) :

Test	Coulabilité
Valeur recommandée IRSTEA et COMIFER	4 à 8 kg/mn
Exigence SECO	6 à 8 kg/mn

On a une moyenne générale de 6.45. Donc après le tableau suivant les résultats sont justes et valides

### 5.Dureté :

Pour la dureté, on vérifie la résistance contre l'écrasement. Avec à un piston de (2500N), on applique

Une force croissante après tamisage des engrais en forme granules de taille moyenne

(de 2.5mm à 3.15mm), Jusqu'à leur écrasement.

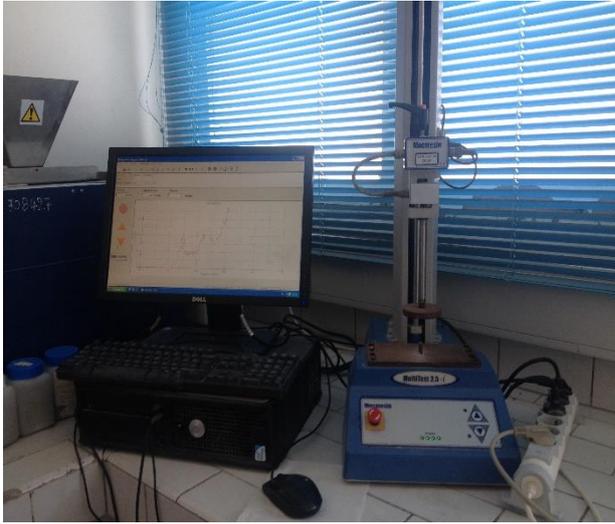


Figure 10 : piston 2500(N) pour mesure de dureté

figure 11 : tamis granulométrique

### Expression des résultats : au

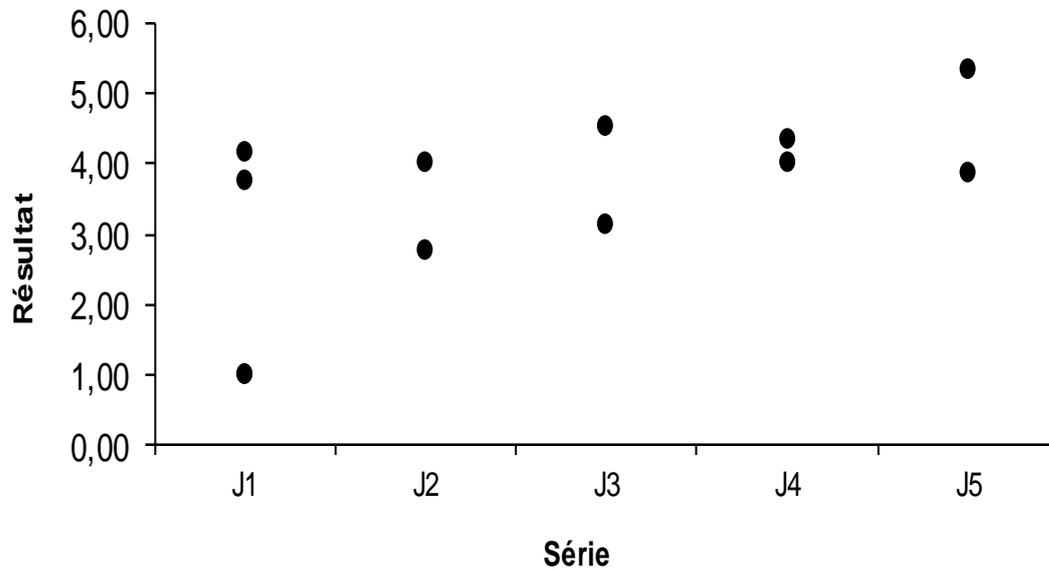
Les résultats sont exprimés en kg ou en N sont présentés sur le tableau suivant :

Tableau 5 : résultats de dureté

Conditions de fidélité intermédiaire des séries	Résultats		répétitions	Moyenne	Variance
Série	n°1	n°2	r <sub>i</sub>	$\bar{z}_i$	S <sub>i</sub> <sup>2</sup>
J1	3,75	4,17	2	3,96	0,088
J2	2,78	4,02	2	3,40	0,769
J3	4,52	3,15	2	3,84	0,938
J4	4,01	4,33	2	4,17	0,051
J5	5,34	3,87	2	4,61	1,080

Ces valeurs sont exprimées sur le graphe suivant :

### Représentation des résultats



Graphe 5 : dureté en fonction des jours

Grace au logiciel « Excel », les valeurs sont entrées afin d'obtenir les résultats suivants :

Moyenne générale	$\bar{z}$	3,99400
Ecart-type de fidélité intermédiaire : $s_{FI}$		0,76513
CV de fidélité intermédiaire $CV_{FI}$ en %		19,2%

Nombre de jours		5
Nombre de répétitions par série r		2
Variance de répétabilité : $s_{répét}^2$		0,58542
Variance des moyennes : $s(\bar{z}_i)^2$		0,19589
Variance inter-séries : $s_B^2$		0,00000
Variance de fidélité intermédiaire $s_{FI}^2$		0,58542
Ecart-type de répétabilité : $s_{répét}$		0,76513
CV de répétabilité $CV_{répét}$ en %		19,2%

## Interprétation :

Le tableau suivant résume les valeurs de taux d'écoulement recommandée par (IRSTEA et COMIFER)

Test	Dureté Résistance à l'écrasement
Valeur recommandée IRSTEA ET COMIFER	> à 30 Newton
Exigence SECO	> à 35 Newton en moyenne

On a une moyenne de 3.99 donc d'après le tableau suivant les résultats trouver sont juste et valide

## **Conclusion.**

Ce rapport de fin d'étude a été pour objet d'étudier les caractères physiques des engrais :

La sphéricité : les valeurs recommandées par IRSTEA et COMIFER sont valides, mais avec une marge d'erreur de 0.03 pour la valeur recommandée par SECO

La densité non tassée : les valeurs recommandées par IRSTEA, CIMIFER et SECO sont valides

La densité tassée : les résultats obtenus par cet analyse sont valides

Taux d'écoulement : les résultats sont justes et valides par IRSTEA , COMIFER et SECO

La dureté : les résultats sont justes

En conclusion, d'après les résultats obtenus sur les analyses, la validation de la méthode d'analyse physique est réussite.

