



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Révision des dossiers de validation (ISO 3425) de la norme relative aux cendres et (ISO 3426) de la norme relative à la détermination de la perte de masse en démontrant la durée de stabilité de la pesée

Présenté par :

◆ **GAMRANI MOHAMED**

Encadré par :

◆ **Mr EL AOUAD YOUNESS (OCP)**
◆ **Pr A. ZEROUALE (FST)**

Soutenu Le 07 Juin 2017 devant le jury composé de:

- **Pr A. ZEROUALE**
- **Pr E. H. EL GHADRAOUI**
- **Pr N. IDRISSE KANDRI**

Stage effectué à OCP jorf Lasfar

Année Universitaire 2016 / 2017



Dédicace

Que ce travail témoigne de mes respects :

A mes chers parents Grâce à leurs tendres encouragements et leurs grands sacrifices, ils ont pu créer le climat affectueux et propice à la poursuite de mes études.

Aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect, ma considération et mon profond sentiment envers eux. Je prie le bon Dieu de les bénir, de veiller sur eux, en espérant qu'ils seront toujours fiers de moi.

*A la famille **GAMRANI**. Ils vont trouver ici l'expression de mes sentiments de respect et de reconnaissance pour le soutien qu'ils m'ont cessé de me porter.*

A tous mes professeurs : Leur générosité et leur soutien j'oblige de leurs témoigner mon profond respect et ma loyale considération.

A tous mes amis et mes collègues : pour les moments agréables et inoubliables que nous avons passés ensemble.



Remerciements

Je tiens à présenter mes sincères remerciements à la direction du groupe OCP pour sa sensibilisation vis-à-vis des stagiaires, en leurs accordant des stages.

Mes remerciements s'adressent à : Mr. El Aouad Younes responsable du stage, mon encadrant Mr barj Mohammed, et Mr bhalli hassan responsable du poste d'analyse du soufre, pour l'encadrement, leurs conseils, les corrections apportées et leur grande disponibilité, ainsi que leur accueil chaleureux, et pour l'aide qu'ils m'ont apportée tout au long de ce travail.

J'exprime également mon grand respect et gratitude à Mr A.ZEROUALE mon encadrant à la Faculté des Sciences et Techniques de FES (FSTF) pour sa disponibilité, son assistance et ses précieux conseils.

Mes sincères remerciements s'adressent aussi à tous mes enseignants, pour tous les efforts consentis en faveur de ma formation et dont le soutien aussi bien intellectuel que moral ne m'a pas fait défaut.

Enfin, que toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail, trouvent ici l'expression de mes grâces.



TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION	1
I. APERÇU GENERALE SUR GROUPE OFFICE CHERIFIEN DES PHOSPHATES	3
1. HISTORIQUE	3
2. FICHE TECHNIQUE	4
3. ACTIVITE PRINCIPALE DU GROUPE OCP	4
4. ORGANISATION DE L'OFFICE DU JORF LASFAR	5
5. SITUATION GEOGRAPHIQUE	5
II. APERÇU GENERALE SUR LE POLE CHIMIE DE JORFLASFAR	6
1. MISSION DU POLE CHIMIE DE JORF LASFAR	6
2. DIVISIONS DE LA DIRECTION POLE CHIMIQUE DE JORF LASFAR	6
3. ATELIER DU GROUPE OCP JORF LASFAR	7
III. REPRESENTATION DU LABORATOIRE CENTRAL	8
1. STRUCTURE DU LABORATOIRE CENTRALE	8
2. LES DIFFERENTS POSTES D'ANALYSE CONSTITUANT LE LABORATOIRE	8
IV. GENERALITE SU LE SOUFRE	10
1. DEFINITION	10
2. SOURCE DU SOUFRE	10
3. PROPRIETES DU SOUFRE	10
4. STRUCTURE CHIMIQUE DU SOUFRE	11
V. PROCEDE DE FUSION DE SOUFRE	12
VI. LES ANALYSES EFFECTUEES AU POSTE DU SOUFRE	13
1. TESTS FAITS AU POSTE	13
VII. NORMES	15
1. NORME INTERNATIONALE ISO 3425 : DETERMINATION DES CENDRES A850-900°C	15
2. NORME INTERNATIONALE ISO 3425 : DETERMINATION DES CENDRES A850-900°C	16
I. MATERIELS	18
• FOUR A MOUFLE	18
• DESSICCATEUR A INFRAROUGE :	19
• BALANCE INFRAROUGE	19
VIII. ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA MASSE EN FONCTION DU TEMPS DE SEJOUR A L'ETUVE A 80°C	22
1. OBJECTIF	22
2. PROTOCOLE D'ESSAIS	22
3. RESULTATS OBTENUS	22
A. ANALYSE EFFECTUEE LE : 26/04 /2017	23
B. ANALYSE EFFECTUEE LE : 02/05 /2017	24
C. ANALYSE EFFECTUEE LE : 03/05 /2017	25
D. ANALYSE EFFECTUEE LE : 05/05 /2017	25
E. ANALYSE EFFECTUEE LE : 08/05 /2017	27



INTERPRETATION -----	27
CONCLUSION -----	27
IX. DETERMINATION DES CENDRES A850-900°C -----	28
OBJECTIF -----	28
INTERPRETATION -----	32
CONCLUSION -----	32



Introduction

Dans le but de promouvoir un produit de grande compétitivité, le laboratoire central du Maroc Phosphore III et IV, filiale de l'OCP à Jorf Lasfar «Laboratoire ayant deux reconnaissances, une reconnaissance nationale de ses activités (NM ISO 17025) par le ministère de l'Industrie et du Commerce et une reconnaissance internationale (NF EN ISO 17025) à travers le Cofrac (Association chargée de l'accréditation des laboratoires), un organisme français d'accréditation » accorde actuellement une nette importance à la validation, à l'évaluation de ses méthodes d'analyses et à une étude comparative fortement ciblée. Ceci permettra en effet d'adapter une démarche hautement qualifiée visant ainsi à assurer un produit de qualité incomparable prêt à envahir le marché.

C'est dans cette perspective que nous avons essayé, à travers ce stage de fin d'étude de valider les deux méthodes d'analyse de l'humidité et des cendres du soufre en appliquant les normes en vigueur. Le but est de confirmer la mise en œuvre de ces deux méthodes par le laboratoire central et de donner des preuves qu'elles sont maîtrisées en interne. Ces deux méthodes vont être comparées avec les méthodes internes (méthodes normalisées modifiées) afin de vérifier si ces derniers sont aptes à l'emploi, du moment que les cendres et l'humidité du soufre sont des éléments qui nécessitent un suivi rigoureux en vue de répondre aux attentes et aux exigences des clients.

Ce rapport comporte quatre chapitres :

- ✚ Présentation générale du groupe OCP,
- ✚ Etude bibliographique
- ✚ Normes et Matériel utilisé.
- ✚ Partie expérimentale et Présentation des performances obtenues.

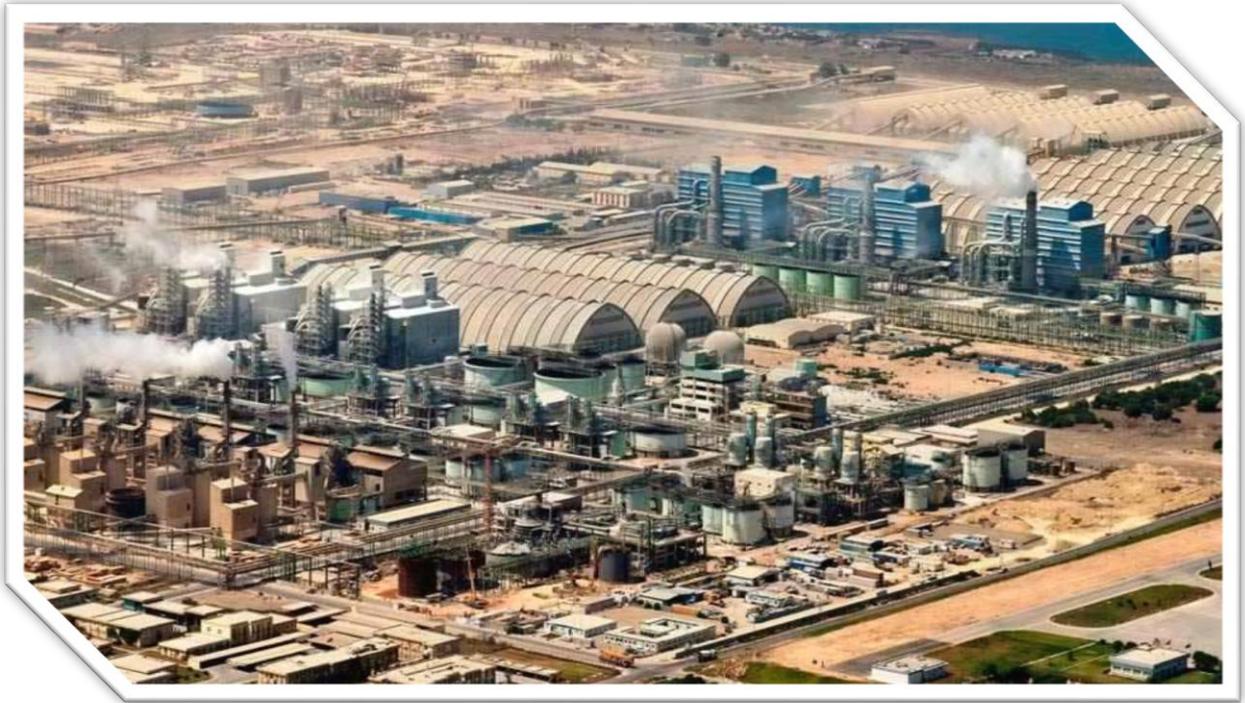
Chapitre

I

Entreprise d'accueil

Résumé: Ce chapitre contient une présentation générale du groupe OCP, du complexe Industriel jorf lasfar et du laboratoire central.

I. Aperçus générale sur groupe Office Chérifien des Phosphates



1. Historique

Les ressources phosphatées que recèle le sous-sol marocain représentent les trois quarts des réserves mondiales. L'exploitation de cette richesse a fait du Maroc le premier pays exportateur ; environ 31% des livraisons mondiales, et le troisième producteur mondial des phosphates et de leurs dérivés avec une capacité de 30 millions de tonnes par ans.

Pour l'exploitation de cet énorme potentiel, le Maroc a crée en 1920 l'Office Chérifien des Phosphates (OCP) qui est une entreprise publique à caractère industriel et commercial.

L'OCP, ainsi dispose du monopole de l'extraction, du traitement, de la valorisation et de la commercialisation des phosphates ainsi que de leurs dérivés.

Bien qu'a été limité au départ, ses activités à l'extraction et à la commercialisation du minerais, l'OCP a élargi, dès 1965, son domaine d'action par la construction à Safi du complexe Maroc Chimie pour la valorisation des phosphates par la production de l'acide phosphorique et des engrais. L'OCP a ensuite consolidé cette tendance au début des années 70 par l'élargissement du complexe industriel de Safi en construisant Maroc



Phosphore I et II, ce qui porta la capacité annuelle de production d'acide phosphorique à près de 1.5 millions de tonnes d'anhydride phosphorique (P_2O_5), soit douze fois la

Capacité installée à Maroc Chimie en 1965. Le leadership de l'OCP en matière de valorisation des phosphates se renforçât en 1986 par l'édification d'un nouveau pôle industriel à Jorf Lasfar par la construction du Maroc Phosphore III et IV à Jorf Lasfar. Des partenariats internationaux ont par ailleurs permis à l'OCP d'étendre ses activités au-delà des frontières nationales ainsi que de renforcer son potentiel de valorisation par la production d'acide phosphorique.

2. Fiche technique

- ✳ **Raison sociale** : Office Chérifien de Phosphate SA
- ✳ **Date de création** : Dahir du 07/08/1920
- ✳ **Date de création du groupe OCP** : Juillet 1975
- ✳ **Directeur** : Mr MOSTAFA TERRAB
- ✳ **Siège social** : 2 Rue Al Abtal, Hay Erraha Casablanca-Maroc
- ✳ **Produits commercialisés** : Phosphate ; Acide ; Engrais
- ✳ **Ports d'embarquement** : Casablanca, Jorf Lasfar, Laayoune, Safi
- ✳ **Exploitation Minière** : Khouribga, Benguerir, Youssoufia et Boucraa
- ✳ **Chiffre d'affaire**: 46 milliards de DH en 2013
- ✳ **Site web** : www.ocpgroup.ma

3. Activité principale du groupe OCP

Le Groupe Office Chérifien des Phosphates (OCP) est défini comme leader mondial dans son secteur d'activité. Il est spécialisé dans l'extraction, la valorisation et la commercialisation de phosphate et de ses produits dérivés. Chaque année, plus de 23 millions de tonnes de minerais sont extraites du sous-sol marocain qui recèle les 75% des réserves mondiales.

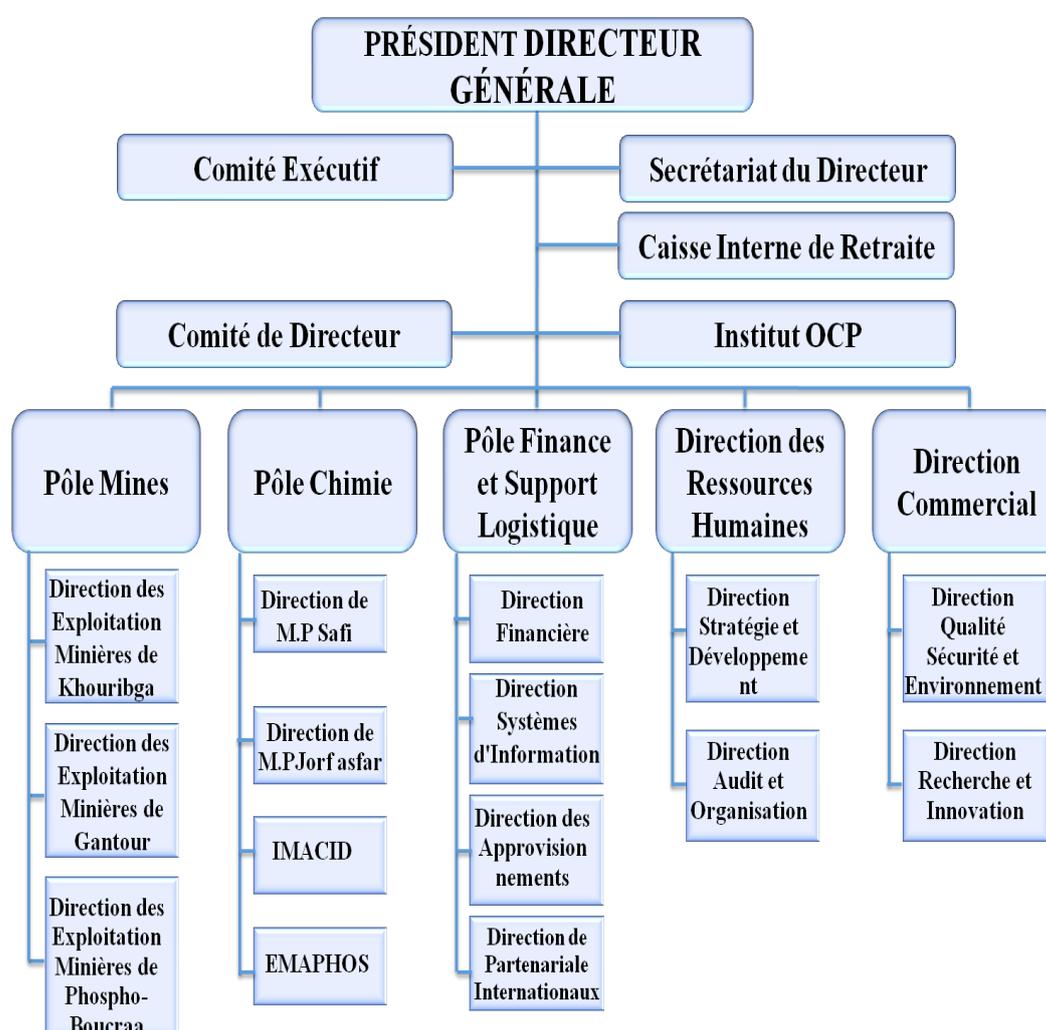
Principalement utilisé dans la fabrication des engrais, le phosphate provient des sites de Khouribga, Benguerir, Youssoufia et Boucraâ-Laâyoune. Selon les cas, le minerai subit une ou

plusieurs opérations de traitement (criblage, séchage, calcination, flottation, enrichissement sec...).

Une fois traité, il est exporté tel quel est ou bien livré aux industries chimiques du Groupe, à Jorf Lasfar ou à Safi, pour être transformé en produits dérivés commercialisables : acide phosphorique de base, acide phosphorique purifié et engrais solides.

4. Organisation de l'Office du Jorf Lasfar

L'organisation suivie par le groupe OCP est considérée si importante dans l'amélioration de productivité de ce dernier. Cet organigramme le montre :



5. Situation géographique

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



II. Aperçu générale sur le Pôle Chimie de JorfLasfar

1. Mission du Pôle Chimie de Jorf Lasfar

Le site Jorf Lasfar qui se situe dans une enceinte s'étendant sur 1700 ha permet de produire annuellement: 2 millions de tonnes de P_2O_5 sous forme d'acide phosphorique, nécessitant la transformation d'environ:

- 🌿 7,7millionsdetonnesdephosphateextraitdesgisementsdeKhouribga;
- 🌿 2millionsdetonnesdesoufre;
- 🌿 0,5milliondetonned'ammoniac.

Une partie de cette production est transformée localement en engrais soit environ 1.8 million de tonnes équivalent par an, et en acide phosphorique purifiés par un million de tonnes de P_2O_5 par an. L'autre partie est exportée entant qu'acide phosphorique marchand.

2. Divisions de La direction pôle chimique de Jorf Lasfar

Le complexe industriel du groupe Office Chérifien de Phosphates à Jorf Lasfar comporte:

- ✚ **Pakistan Maroc Phosphore(PMP)** qui a démarré en 2008 en partenariat avec le groupe Pakistanais «Fauji» ses produits sont: L'acide sulfurique et l'acide phosphorique.

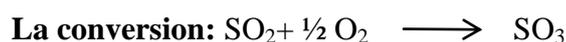
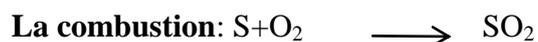


- ✚ **IMACID**, en partenariat avec la société indienne Chambal qui a démarré en 1999, pour la production d'acide sulfurique et l'acide phosphorique.
- ✚ **EMAPHOS**, en partenariat avec Prayon (Belgique) et C.F.Budenheim (Allemagne), qui a démarré en 1998, pour la production d'acide phosphorique purifié.
- ✚ **Maroc Phosphore III-IV** (Filiale à 100% de l'OCPSA) qui a démarré en 1986, pour la production d'acide sulfurique, acide phosphorique et les engrais.

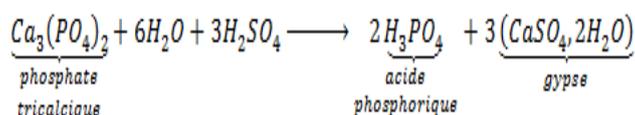
3. Atelier du groupe OCP Jorf Lasfar

Le groupe OCP contient 4 ateliers, chaque atelier à un rôle particulier :

- ✚ **Atelier sulfurique** : sert à produire de l'acide sulfurique par les réactions suivantes



- ✚ **Atelier phosphorique** : produire de l'acide phosphorique à partir de l'acide sulfurique et



de l'apatite par les réactions suivantes

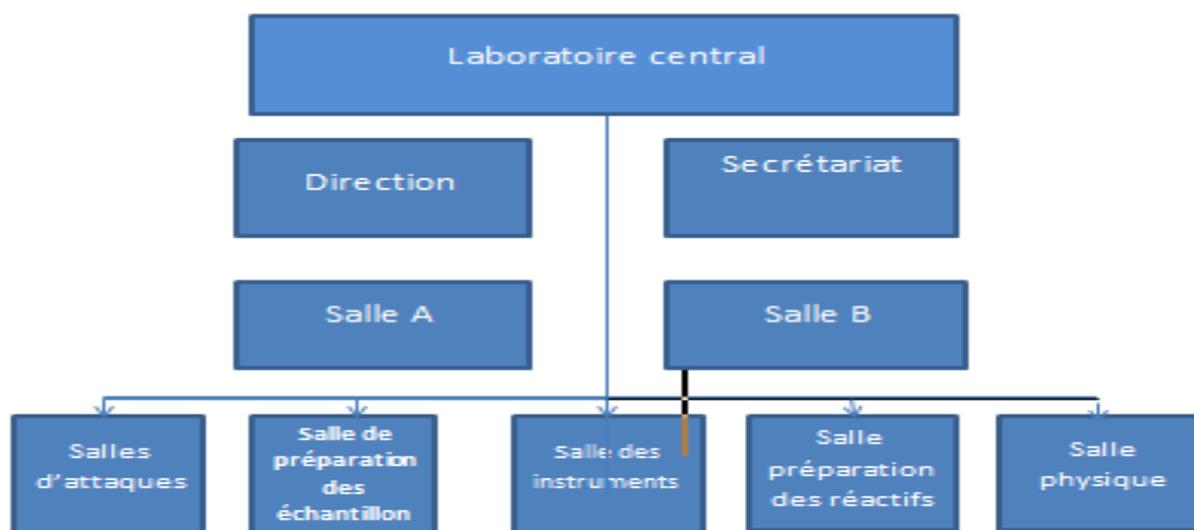
- $Ca_3(PO_4)_2 + 3SiO_2 + 5C \rightarrow 3(CaOSiO_2) + 5CO + 2P$
- $P_2 + 5/2 O_2 \rightarrow P_2O_5$
- $P_2O_5 + 3H_2O \rightarrow 2H_3PO_4$

- ✚ **Atelier des engrais** : contient 7 lignes de production peuvent produire MAP, DAP, TSP et NPK.
- ✚ **Stockages principaux** : contient des Hangars de stockage pour les solides et bacs de stockage pour les liquides.

III. Représentation du laboratoire central

Le laboratoire central du complexe mp3 et 4 assure pratiquement toutes les analyses des matières premières (phosphate ; soufre ; ammoniacetc.) des produits intermédiaires (l'acide phosphorique 29% et 54% en P_2O_5 , gypse, H_2SO_4) ; et des produits finis (l'acide 54 clarifié, engrais ; DAP, MAP, NPKetc.)

1. STRUCTURE DU LABORATOIRE CENTRALE



2. Les différents postes d'analyse constituant le laboratoire

- ✓ Poste d'analyse du phosphate.
- ✓ Poste d'analyse du gypse.
- ✓ Poste d'analyse des effluents.
- ✓ Poste d'analyse des eaux.
- ✓ Poste d'Analyse hebdomadaires.
- ✓ Poste d'Analyse d'acide phosphorique.
- ✓ Poste d'Analyse des engrais.
- ✓ Poste d'Analyse du soufre

Chapitre II

Etude bibliographique

Résumé: Nous abordons dans ce chapitre les généralités sur le soufre ,son procédé de fusion et les analyses effectuées . ainsi que les normes appliquées



IV. Généralité su le soufre

1. Définition

Le soufre est un élément chimique de la famille des chalcogènes, de symbole S et de numéro atomique 16.

C'est un non-métal multivalent, inodore, insipide et abondant, ne se dissout pas dans l'eau. Le soufre est surtout connu sous la forme de cristaux jaunes et se trouve dans beaucoup de minéraux (sulfure et sulfate), particulièrement dans les régions volcaniques.

C'est un élément essentiel pour tous les êtres vivants, il sert aussi à 90 % à préparer de l'acide sulfurique, produit de base de l'industrie chimique. Il est notamment employé comme engrais (sulfates) (60 % de la production) et phytosanitaire fongicide (contre l'oïdium de la vigne). Environ 34 % sert à des applications non agricoles comme la fabrication du caprolactame-monomère qui intervient dans la préparation du Nylon-6, dans les processus de lixiviation en exploitation minière, à l'élaboration du dioxyde de titane, des tripolyphosphates pour les détergents, à l'alimentation animale et humaine, à la fabrication de la pâte à papier, à la fabrication de l'acide fluorhydrique. Il est aussi utilisé dans la fabrication la poudre à canon, les laxatifs, les allumettes, des insecticides, etc.

2. Source du soufre

Le soufre se trouve naturellement en grande quantité, composé à d'autres éléments sous forme de :

✚ Sulfures (par exemple : Pyrite, Cinable, Galène, Sphalérite...)

✚ Sulfates (par exemple Gypse, Barite, Vitriols...)

3. Propriétés du soufre

Propriétés Atomiques

Numéro atomique :16 période : 3

Rayons atomiques (pm) : 100 Groupe:1

Classification: non métaux rayon de van der Waal (pm) :105

Propriétés physiques

Phase : solide

masse volumique (g/cm³) : 2.08

Point de fusion(K) : 388.36

capacité thermique (J/gK) : 22.75

Conductivité thermiques (w/m.K) : 0.205

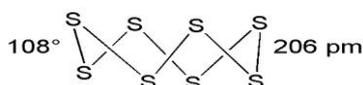
Propriétés électroniques

Configuration électronique : $1S^2 2S^2 2p^6 3S^2 3p^4$

Etats d'oxydation : 6, 4, 2,-2

4. Structure chimique du soufre

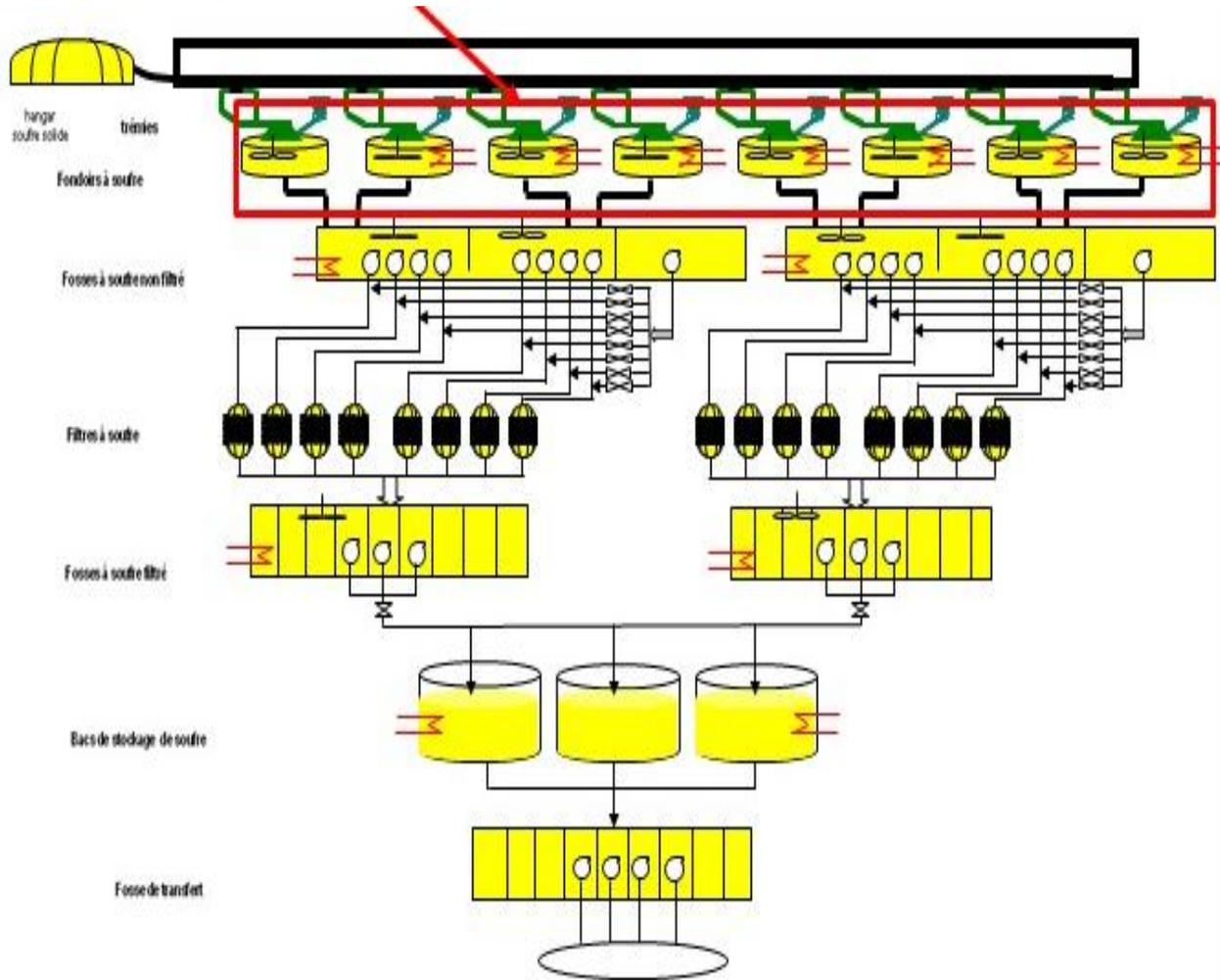
Le soufre possède des formes allotropiques aussi bien à l'état solide que liquide ou gazeux. La forme la plus stable à l'état solide, dans les conditions normales de température, est le soufre alpha S_α , de formule S_8 et correspondant au cyclooctasoufre. Pour une écriture propre des équations chimiques impliquant le soufre, il est en conséquence d'usage d'introduire la notation $1/8 S_8$. L'existence de cette structure fut établie par rayons X en 1935 par B.E. Warren et J.T. Burwell. Elle avait été montrée par E. Beckmann par cryoscopie dans l'iode fondu.



Les liaisons S–S apparaissent d'une grande souplesse comme en témoigne l'amplitude des longueurs de liaison observées, entre 108 et 206 pm. De plus, des angles S–S–S existent entre 90° et 180° . Enfin, l'énergie des liaisons S–S, suivant les cas, est comprise entre 265 et 430 $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$.

Il existe une grande variété de molécules de soufre. Fait unique, il semble que l'on puisse créer par synthèse n'importe quelle molécule de soufre de formule S_n .

V. Procédé de fusion de soufre



- La production de l'acide phosphorique nécessite la présence, comme élément essentiel de l'acide sulfurique. Ce dernier est le résultat de plusieurs étapes que le soufre suit pour passer de leur état solide à l'état liquide.
- L'OCP importe cet élément solide de l'étranger par des navires qui se déchargent par deux portiques acheminés vers un hangar de stockage où on prélève un échantillon global pour les analyses.
- Le soufre stocké est apporté par des bandes transporteuses vers les fondoirs pour une fusion à une température entre 115°C et 119°C.
- Le soufre liquide obtenu se récupère dans quatre fosses de forme rectangulaire.
- Avant de pomper le mélange obtenu dans le filtre, il faut ajouter une solution qui s'appelle l'adjuvant, et la faire passer dans les fosses.

- Après filtration, le soufre filtré s'écoule par gravité dans deux fosses à soufre souterraines, briquetés, équipées des serpentins à vapeur :
- Chaque fosse est équipée de trois pompes verticales, assurant l'alimentation des trois bacs de stockage intermédiaires. Dans ces bacs de stockage on prélève un autre échantillon R12.

VI. Les analyses effectuées au poste du soufre

- Ce poste reçoit continuellement des échantillons des différents types de soufre en provenance de plusieurs pays, ces sulfures importés existent en deux types :
- Soufre naturel (importé de l'Océanie, Pologne ...).
- Soufre artificiel.
- Ces sulfures sont transportés par navires, d'où le prélèvement de plusieurs échantillons de l'ensemble des navires ainsi de l'ensemble de leurs cales, le transport de cette matière première du port vers le site est assuré par des chaînes afin de le faire passer par plusieurs étapes de filtration.

1. Tests faits au poste

✓ Test du pH

Le test est fait à l'aide d'un pH-mètre affichant directement la valeur du pH. Cette valeur est comprise entre 5 et 9.

✓ Test du chlorure

Le chlorure doit être en faible quantité dans les échantillons car il cause des phénomènes de corrosion des conduites.

✓ Mode opératoire

On fait un dosage par AgNO_3 , à un certain volume ajouté on constate l'apparition d'un précipité AgCl , donc le tombé de burette nous donne la quantité de chlorure dans l'échantillon.

$$\text{Cl}^- \text{ ppm} = \frac{(v_1 - v_0) \times 1420}{\text{PE}}$$

V_1 : Volume d' AgNO_3 versé pour l'essai en ml

V_2 : Volume d'AgNO₃ versé pour l'essai à blanc en ml

PE : Prise d'essai en grammes

Test de cendres:

Ce test est fait pour contrôler le taux des cendres après la filtration du soufre, ce taux doit obéir aux normes.

Mode opératoire :

On met 100g d'échantillon dans un bécher déjà taré, on chauffe sur plaque chauffante jusqu'à fusion du soufre (liquide noir), on chauffe ce liquide jusqu'à vaporisation totale et On chauffe le solide obtenue dans un four a moufle à 900°C pendant une heure. Finalement, on tare le bécher, la différence de masse est la quantité des cendres dans l'échantillon, elle est exprimée par :

$$\text{Cendres en ppm} = \frac{(\text{mf} - \text{mi}) \times 10^6}{\text{PE}}$$

(mf – mi): masse en gramme du résidu de la calcination

PE : Prise d'essai en grammes

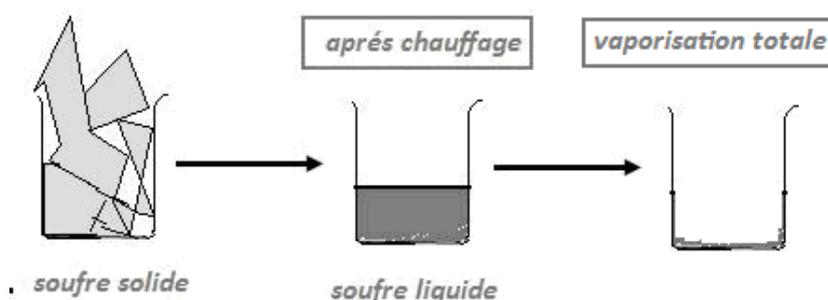


FIGURE 1 : SCHEMA SIMPLIFIER DE LA FUSION DU SOUFRE

✓ Test d'acidité

Ce test consiste à déterminer le taux d'acide dans le soufre en se basant sur un dosage par NaOH, le résultat est exprimé par :

$$\text{H}_2\text{SO}_4 = \frac{(V_1 - V_0) \times 0.049}{\text{PE}}$$



V_1 : Volume d' NaOH versé pour l'essai en ml

V_2 : Volume d' NaOH versé pour l'essai à blanc en ml

PE : Prise d'essai en grammes

✓ **Test d'humidité**

C'est un test qui donne une idée sur la qualité du soufre, car l'humidité élevée de ce dernier baisse sa qualité au niveau de la combustion et des fumées dégagées lors de son attaque.

VII. Normes

1. Norme internationale iso 3425 : détermination des cendres à 850-900°C

a. Objet et domaine d'application

La présente norme internationale spécifie une méthode de détermination des cendres à 850-900°C. Les méthodes spécifiées sont applicables au soufre à usage industriel contenant 98% au moins du soufre élémentaire S exprimé en pourcentage en masse par rapport au produit sec. C'est-à-dire au produit séché à 80°C durant 2h.

b. Principe

On fait une Combustion lente dans l'air d'une prise d'essai du soufre sec, puis on le calcine dans un four à 850-900°C. Enfin on le pèse.

c. Appareillage

Matériel courant du laboratoire :

- ✚ Capsule en silice.
- ✚ Plaque chauffante (ou, à défaut, bec bunsen, muni d'un triangle en terre réfractaire).
- ✚ Four électrique, réglable à 850-900°C.

d. Echantillonnage et préparation de l'échantillon pour essai

On prépare de l'échantillon pour laboratoire, un échantillon pour essai. Pour cela, on réduit si nécessaire, la granulométrie pour la rendre inférieure à 2mm enfin on sèche par passage à l'étuve à 80°C durant 2h.



e. Mode opératoire

La prise d'essai

On pèse, à 0.001 g près, dans la capsule préalablement calcinée à 800-900 °C et on le laisse refroidir dans un dessiccateur et tarée à 0.001g près, 50g environ de l'échantillon pour essai.

Détermination

On met la capsule contenant la prise d'essai sur la plaque chauffante et on fait fondre doucement le soufre.

Dès qu'il est fondu, on l'enflamme à l'aide d'une petite flamme de gaz. Et on régle le chauffage

de façon que le soufre brûle lentement et complètement.

On calcine la capsule et le résidu de la combustion du soufre au four réglé à 850-900°C. On laisse refroidir en dessiccateur et on pèse à 0.001g près. On replace la capsule dans le four et poursuit les mêmes opérations jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0.005g.

f. Expression des résultats

Le taux de cendres, exprimé en pourcentage en masse de produit sec, est donné par la formule

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

m_0 Est la masse, en grammes, de la prise d'essai ;

m_1 Est la masse, en gramme, du résidu de la calcination.

2. Norme internationale iso 3425 : détermination des cendres à 850-900°C

a. Objet et domaine d'application

La présente norme internationale spécifie une méthode de détermination de la perte de masse du soufre à 80°C à usage industriel.

b. Principe

On place une prise d'essai dans un dessiccateur et on le met dans une étuve à 80 °C. puis on détermine la perte de masse résultant.



c. Appareillage

Matériel courant du laboratoire:

- ✚ Vase à peser, de diamètre 75 mm environ et de hauteur 30 mm environ, muni d'un couvercle.
- ✚ Etuve électrique, réglable à $80 \pm 2^\circ\text{C}$.

d. Echantillonnage et préparation de l'échantillon pour essai

On prépare, à partir de l'échantillon pour laboratoire, un échantillon pour essai. Pour cela, il faut réduire la granulométrie pour la rendre inférieure à 6 mm.

e. Mode opératoire

Prise d'essai

On pèse, à 0.001 g près, 50 g environ de l'échantillon pour laboratoire, dans le vase à peser préalablement séché à l'étuve réglée à $80 \pm 2^\circ\text{C}$, durant 2 h, refroidi en dessiccateur et taré à 0.001 g près.

Détermination

On procède selon l'une des deux techniques suivantes

- ✚ Séchage durant 16 h.
- ✚ Séchage jusqu'à ce que la masse soit constante, sans toutefois que la durée totale du séjour à l'étuve dépasse 16 h.

Dans le premier cas, on laisse séjourner durant 16 h, à l'étuve réglée à $80 \pm 2^\circ\text{C}$, le vase à peser avec son contenu, son couvercle, ainsi qu'un verre de montre dont le diamètre est légèrement supérieur à celui du vase à peser. Après séchage, on pose le verre de montre sur le vase à peser et on porte le tout dans un dessiccateur. Après refroidissement, on ferme le vase à peser avec son couvercle et le repèse à 0.001 g près.

Dans le deuxième cas, on laisse séjourner durant 3 h environ, à l'étuve réglée à $80 \pm 2^\circ\text{C}$, le vase à peser avec son contenu, son couvercle, ainsi qu'un verre de montre dont le diamètre est légèrement supérieur à celui du vase à peser. Après séchage, on pose le verre de montre sur le vase à peser et on porte le tout dans un dessiccateur. Après refroidissement, on ferme le vase à peser avec son couvercle et le repèse à 0.001 g près. Répéter ces opérations jusqu'à ce que la masse

constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0.005g.

Si la masse constante n'est pas obtenue après une durée de séchage de 16 h selon cette deuxième technique, on note la masse correspondant à la dernière pesée.

f. Expression des résultats

La perte de masse, exprimée en pourcentage en masse, est donné par la formule :

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

m_0 : est la masse, en grammes, de la prise d'essai ;

m_1 : est la perte de masse, en gramme, après dessiccation.

I. Matériels

Four à moufle



Ces fours sont faits de moufles en céramique enveloppés extérieurement par l'élément chauffant. L'intérieur de la chambre de chauffe reste totalement libre, sans encombrement des résistances.

Ces fours disposent également d'un système unique de doubles cloisons et de pulsation d'air. Un air froid est soufflé en continu entre les 2 parois afin d'éviter tout problème de surchauffe et de garder les parois extérieures du four froides. Le ventilateur continu de fonctionner après l'arrêt de l'appareil pour permettre un refroidissement rapide, cela prolonge la longévité de l'ensemble des composants.

Chaque four dispose d'une ouverture dans laquelle une cheminée d'évacuation pour les gaz de combustion peut être intégrée en option. Il est également possible d'ajouter une deuxième sonde de température pour des applications plus complexes.

Les fours sont disponibles avec un régulateur simple affichage ou un écran double affichage offrant la possibilité de visualiser la température programmée et la température actuelle.

Dessiccateur à infrarouge :



Le dessiccateur à infrarouge mesure l'humidité relative de l'échantillon.

La détermination du taux d'humidité relative exprimé en pourcentage est l'une des analyses les plus fréquentes lors du développement de produits et au cours de la production. Par différence la mesure de l'humidité relative permet de connaître l'extrait sec du produit.

Plusieurs techniques peuvent être utilisées :

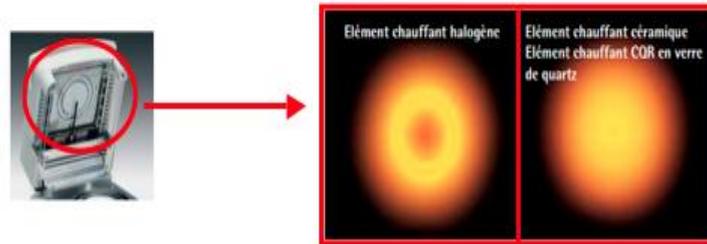
Etuve : méthode de référence de dessiccation

Balance infrarouge

Au lieu d'air chaud, cette méthode utilise un rayonnement direct infrarouge pour sécher l'échantillon. Le rayonnement infrarouge est absorbé par l'échantillon. L'énergie absorbée provoque l'échauffement souhaité de la substance.

La balance infrarouge est destinée à déterminer de manière rapide et fiable le taux de matières sèches (ou d'humidité) de substances liquides, pâteuses et solides selon le principe de la thermogravimétrie. (Procédé servant à déterminer une perte de masse provoqué par le réchauffement d'une substance)

La source de chauffage de balance infrarouge peut être de nature diverse



Contrairement à une étuve traditionnelle dans laquelle l'échantillon est chauffé par convection et séché sur une longue période, l'échantillon absorbe, dans le dessiccateur halogène, le rayonnement infrarouge (rayonnement thermique) de la lampe halogène. Ainsi l'échantillon est chauffé très rapidement et le résultat est obtenu en quelques minutes.

Chapitre

3

partie expérimentale

Résumé: Dans ce chapitre on va présenter les résultats obtenus aussi que leur interprétation .

VIII. Etude de l'évolution de la masse en fonction du temps de séjour à l'étuve à 80°C

L'OCP import le soufre de l'étranger, dans chaque échantillon de soufre est caractérisé par une humidité et un taux de cendre différent.

Nous réalisons des essais sur 5 échantillons différents c'est-à-dire chaque échantillon de soufre à une perte de masse liée à son humidité.

1. Objectif

Cette étude consiste à démontrer le temps nécessaire pour que deux pesées consécutives d'une masse d'un échantillon de soufre industriel, soumis à l'essai de détermination de la perte en masse à $80 \pm 2^\circ\text{C}$, après séchage, ne diffèrent pas de plus de 0,005g.

2. Protocole d'essais

Les essais ont été réalisés en cinq jours et sur cinq échantillons de soufre industriel, de titres distincts en humidité couvrant le domaine d'application de la méthode au laboratoire central.

L'échantillon pesé dans un vase approprié est séjourné pendant un temps $t_i(\text{min})$, dans une étuve réglée à $80 \pm 2^\circ\text{C}$. Après séchage, le vase est refroidi dans un dessiccateur puis pesé.

On replacer le vase dans l'étuve et on poursuit les mêmes opérations jusqu'au avoir un nombre suffisant de points pour tracer la courbe : $\Delta m = f(\text{Temps})$.

3. Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont exprimés sous formes des graphes suivant :

A. Analyse effectuée le : 26/04 /2017

Echantillon 1 avec %H₂O=0.02

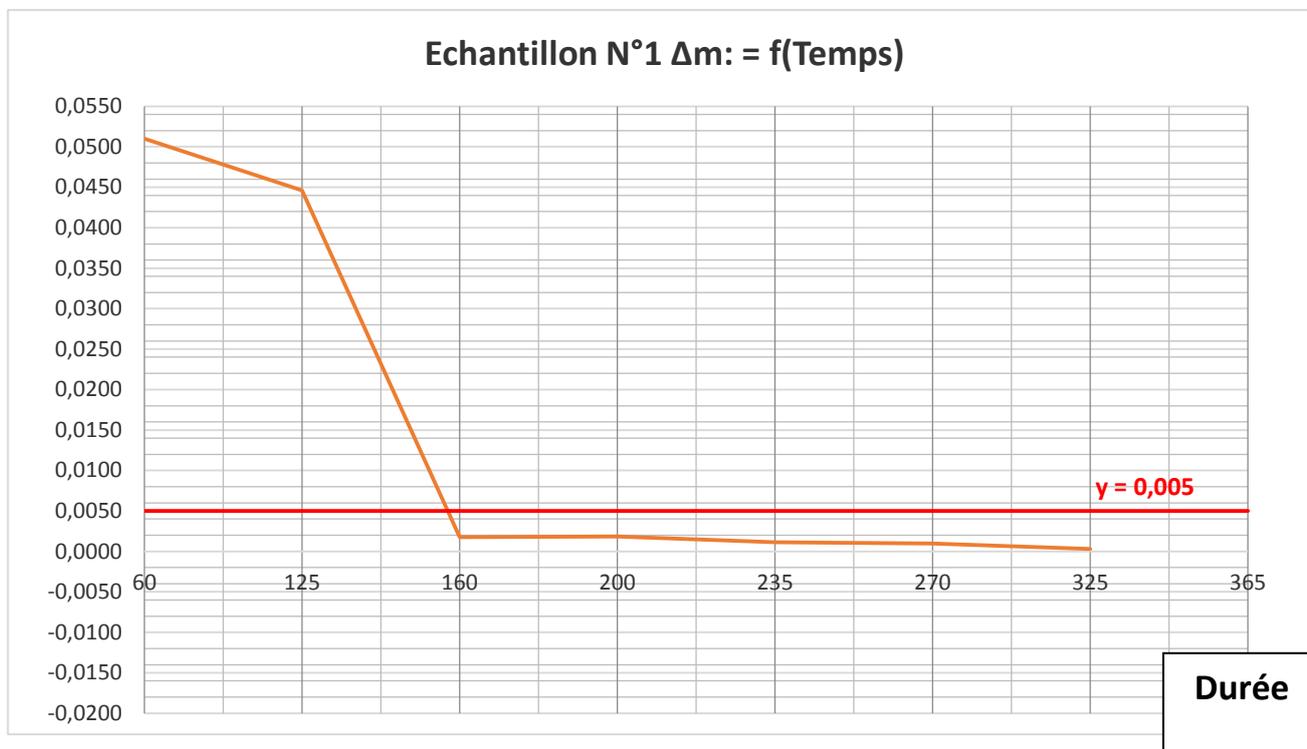


FIGURE 2: SUIVI DE LA PERTE DE MASSE EN FONCTION DU TEMPS (ECHANTILLON 1)

Interprétation

L'intersection entre la courbe $\Delta m = f(\text{temps})$ et la droite $y = 0.005$ est à environ $t_1=150\text{min}$; ainsi pour avoir un $\Delta m \leq 0.005\text{g}$ il suffira de laisser séjournée l'échantillon dans l'étuve $80 \pm 2^\circ\text{C}$ au-delà de ce t_1 .

B. Analyse effectuée le : 02/05 /2017

Echantillon 2 avec %H₂O = 0

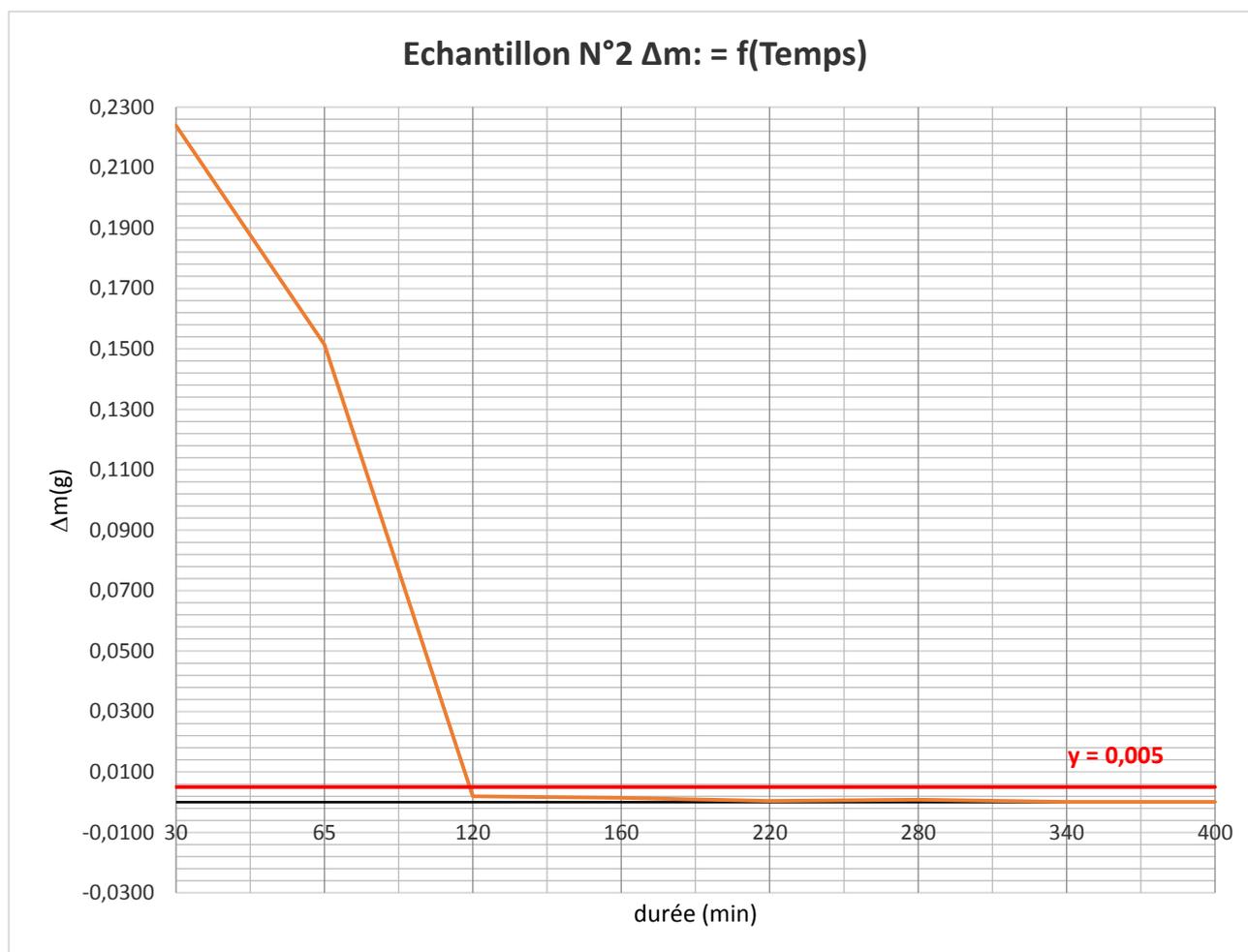


FIGURE 3: SUIVI DE LA PERTE DE MASSE EN FONCTION DU TEMPS (ECHANTILLON 2)

Interprétation

L'intersection entre la courbe $\Delta m = f(\text{temps})$ et la droite $y = 0.005$ est à environ $t_2 = 120 \text{ min}$; ainsi pour avoir un $\Delta m \leq 0.005 \text{ g}$ il suffira laisser séjournée l'échantillon dans l'étuve $80 \pm 2^\circ \text{C}$ au-delà de t_2 .

Analyse effectu e le : 03/05 /2017

Echantillon 3 avec % H_2O = 4.90

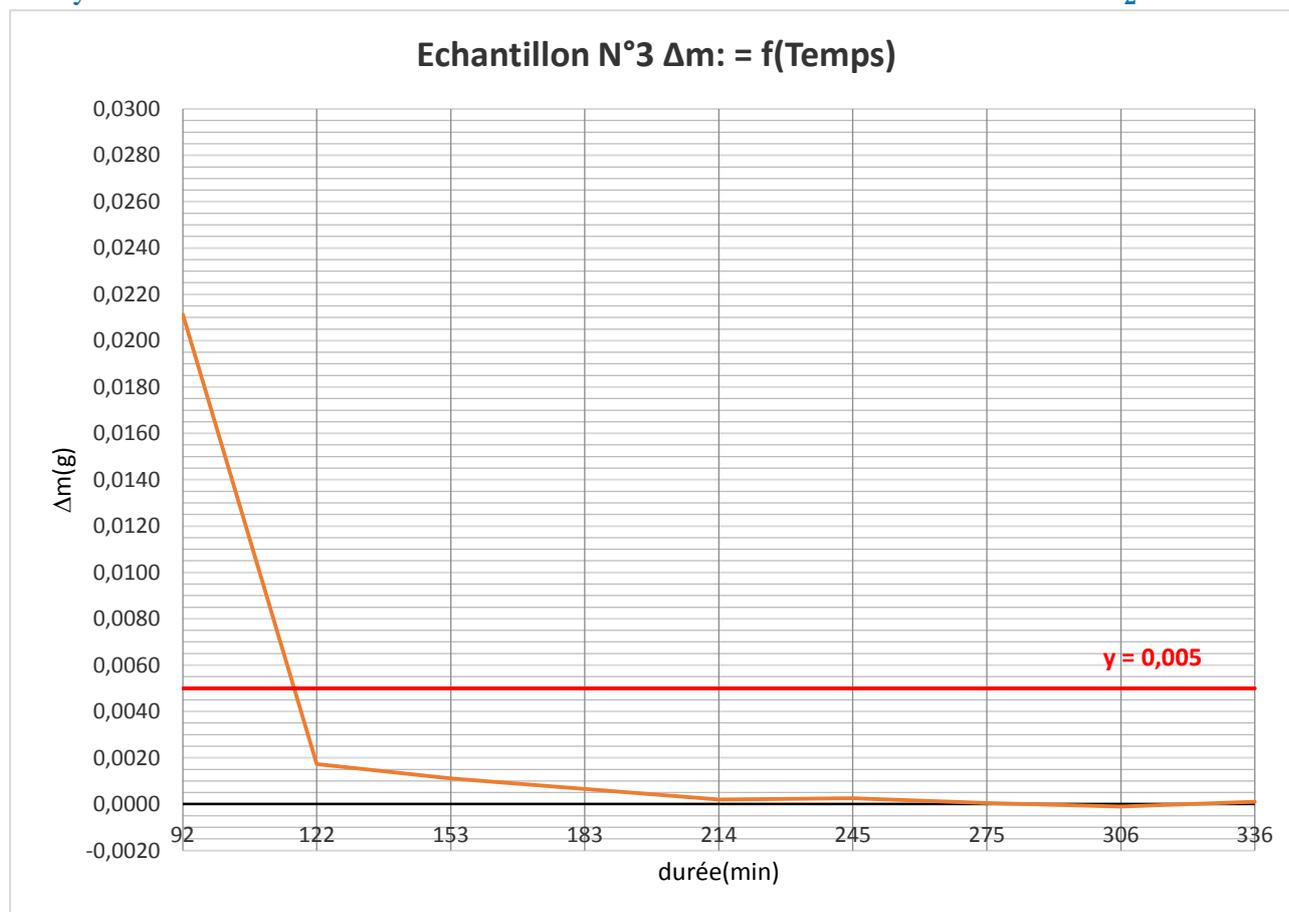


FIGURE 4 : SUIVI DE LA PERTE DE MASSE EN FONCTION DU TEMPS (ECHANTILLON 3)

Interpr etation

L'intersection entre la courbe $\Delta m = f(\text{temps})$ et la droite $y = 0.005$ est   environ $t = 110\text{min}$; ainsi pour avoir un $\Delta m \leq 0.005\text{g}$ il suffira laisser s ejourner l' chantillon dans l' tuve $80 \pm 2^\circ\text{C}$ au-del  de t_3 .

Analyse effectu e le : 05/05 /2017

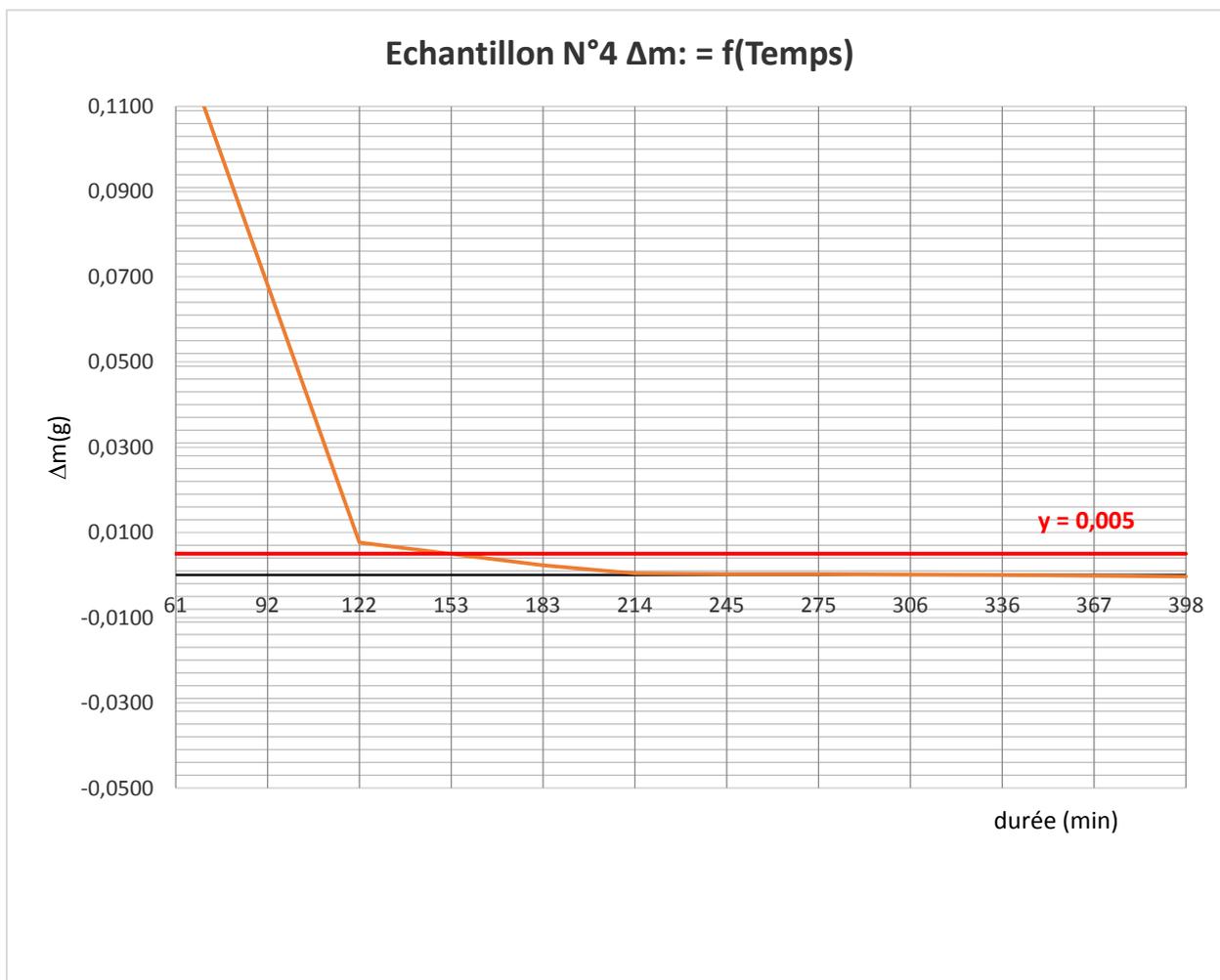


FIGURE 5 : SUIVI DE LA PERTE DE MASSE EN FONCTION DU TEMPS (ECHANTILLON 4)

Interprétation

L'intersection entre la courbe $\Delta m = f(\text{temps})$ et la droite $y = 0.005$ est à environ $t = 150$ min ; ainsi pour avoir un $\Delta m \leq 0.005$ g il suffira laisser séjournée l'échantillon dans l'étuve $80 \pm 2^\circ\text{C}$ au-delà de t_4 .

Analyse effectu e le : 08/05 /2017

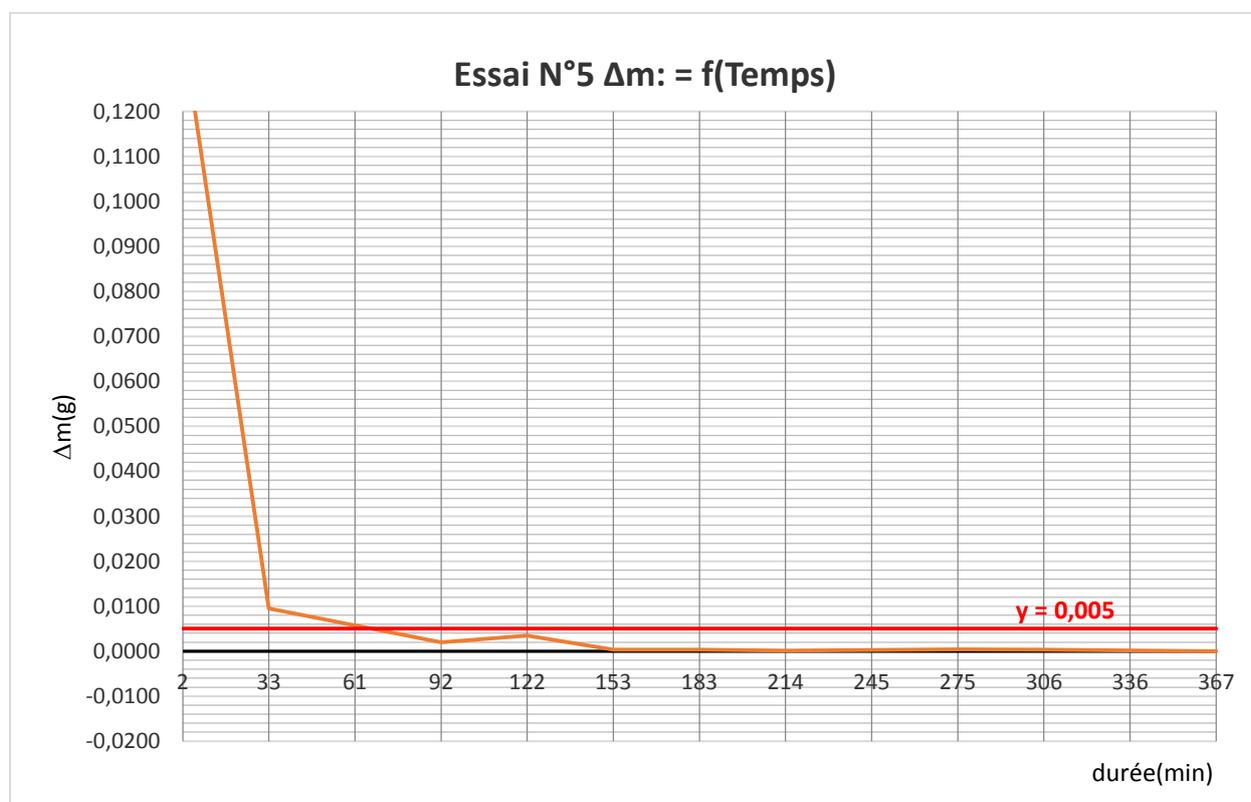


FIGURE 6: SUIVI DE LA PERTE DE MASSE EN FONCTION DU TEMPS (ECHANTILLON 5)

Interpr tation

L'intersection entre la courbe $\Delta m = f(\text{temps})$ et la droite $y = 0.005$ est   environ $t = 75\text{min}$; ainsi pour avoir un $\Delta m \leq 0.005\text{g}$ il suffira laisser s journer l' chantillon dans l' tuve $80 \pm 2^\circ\text{C}$ au-del  de t_5 .

Conclusion

Les r sultats obtenus justifient d'une fa on satisfaisante, m me pour le cas le plus d favorable : Essai N 1 (avec un $\%PM=7,3\%$), que le temps suffisant de s jour dans l' tuve $80 \pm 2^\circ\text{C}$, pour que deux pes es cons cutives d'une masse d'un  chantillon de soufre industriel soumis   l'essai, apr s s chage, ne diff rent pas de plus de $0,005\text{g}$, et convient que t doit  tre $>150\text{min}$.

A l'issu de cette  tude ; le laboratoire d montre, quant   l'exigence d finie dans l'objet, que le s chage pendant 4heures (240min), le temps adapt  par le laboratoire central, est ad quat.

IX. Détermination des cendres à 850-900°C

Objectif

Cette étude consiste à démontrer le temps nécessaire pour que deux pesées consécutives d'une masse d'un échantillon de soufre industriel, soumis à l'essai de détermination des cendres à 850-900°C, après calcination, ne diffèrent pas de plus de 0,005g.

Protocole d'essais

Les essais ont été réalisés en cinq jours et sur cinq échantillons de soufre industriel, de titres distincts en cendres couvrant pratiquement le domaine d'application de la méthode au laboratoire central.

L'échantillon pesé dans une capsule appropriée, et après combustion lente, est séjourné pendant un temps t_i (min), dans un four réglé à 850-900°C. La capsule est refroidie dans un dessiccateur puis pesée. On replacer la capsule dans le four et on poursuit les mêmes opérations jusqu'à avoir un nombre suffisant de points pour tracer la courbe : $\Delta m = f(\text{Temps})$.

Echantillon N° 1

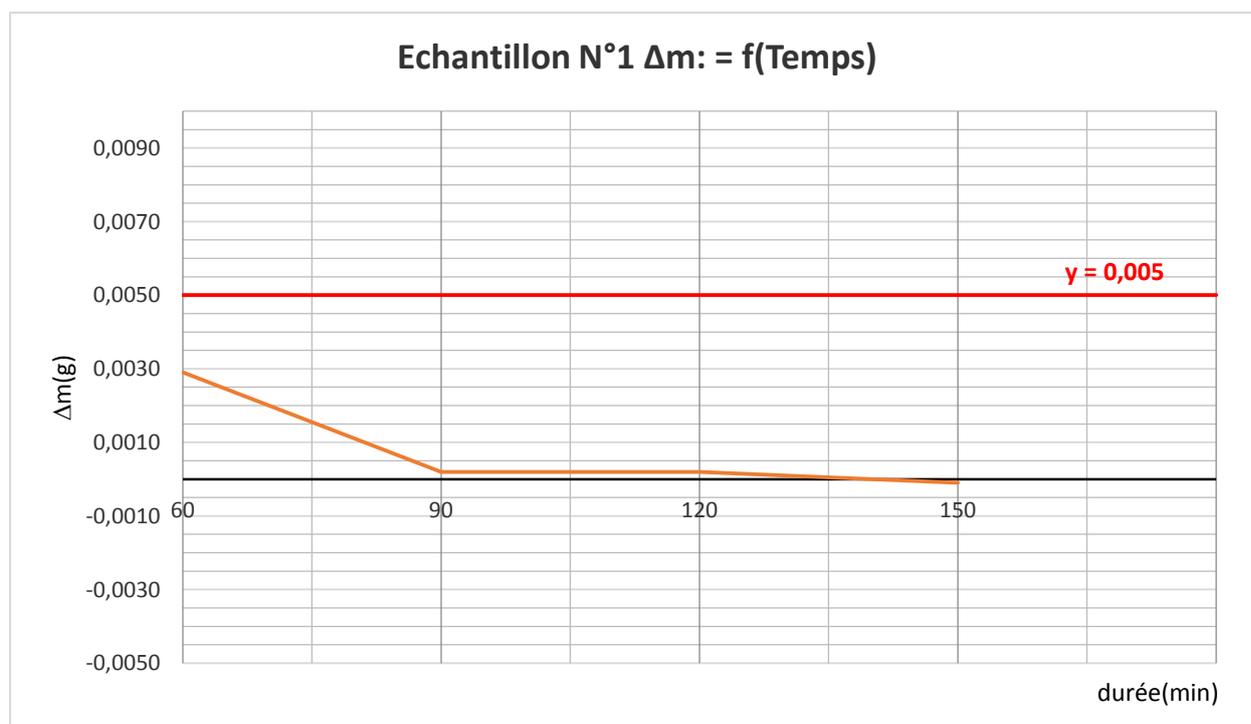


FIGURE 7 : SUIVIE DE LA PERTE DE MASSE DES CENDRES EN FONCTION DU TEMPS (ECHANTILLON 1)

Echantillon N°2

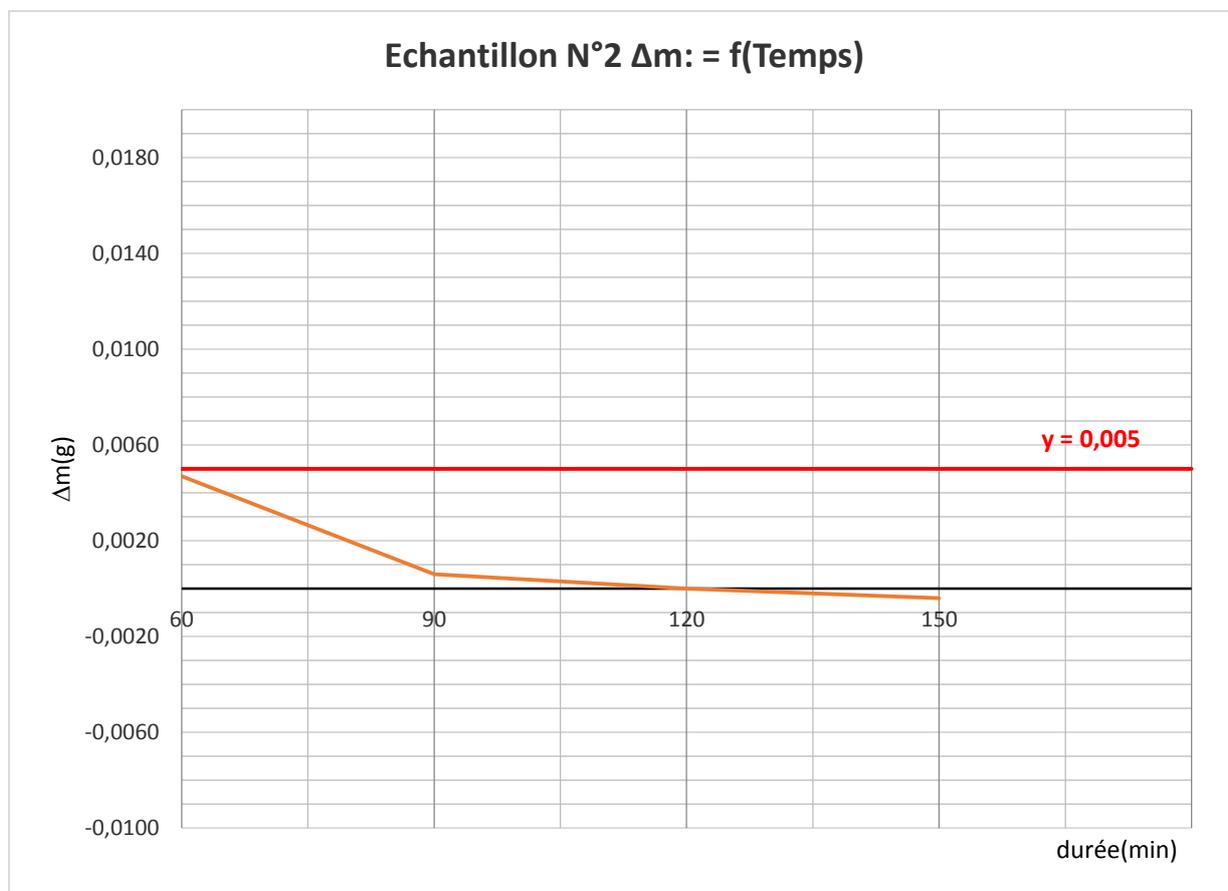


FIGURE 8 : SUIVIE DE LA PERTE DE MASSE DES CENDRES EN FONCTION DU TEMPS (ECHANTILLON 2)

Echantillon N°3 :

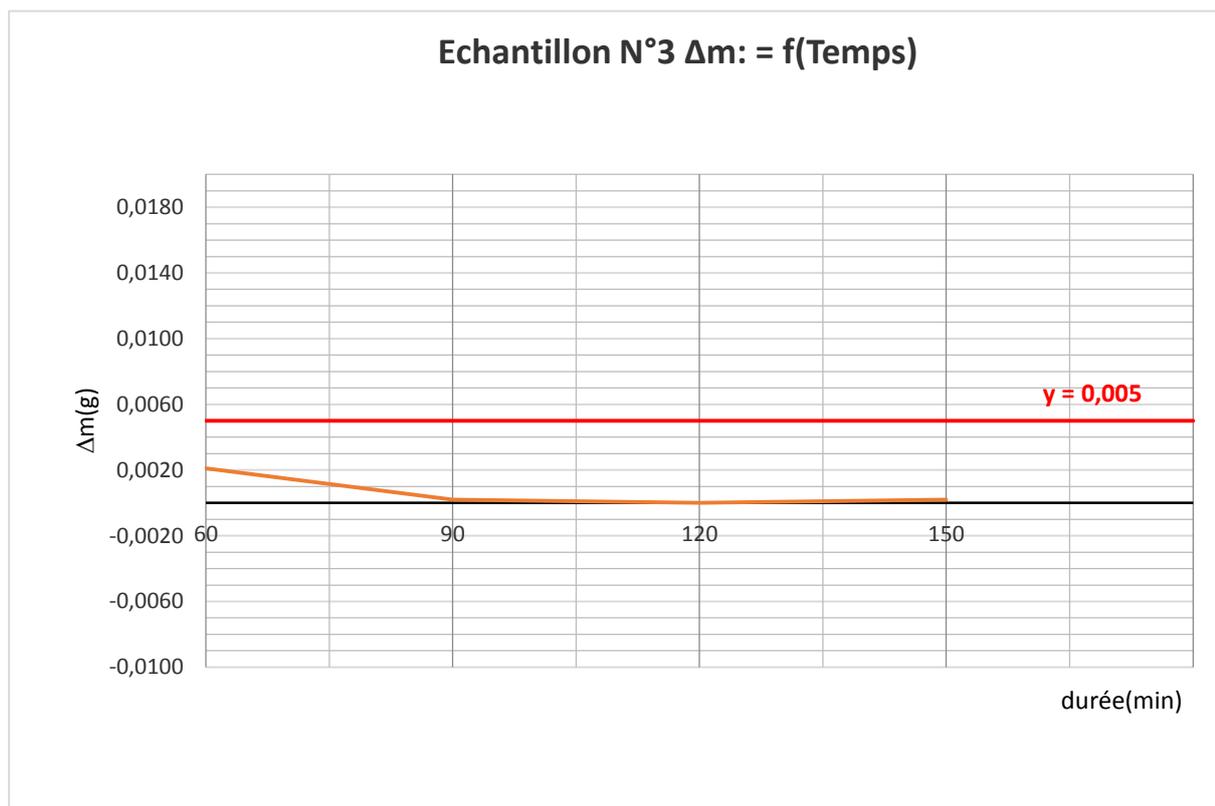
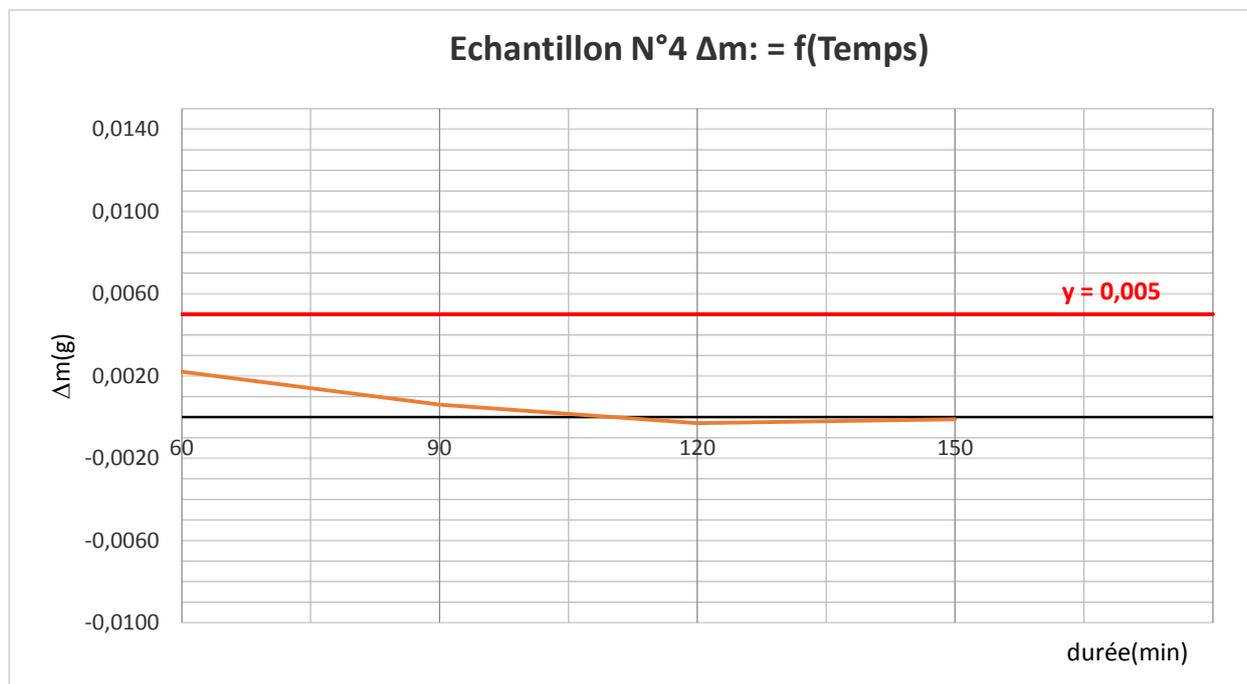


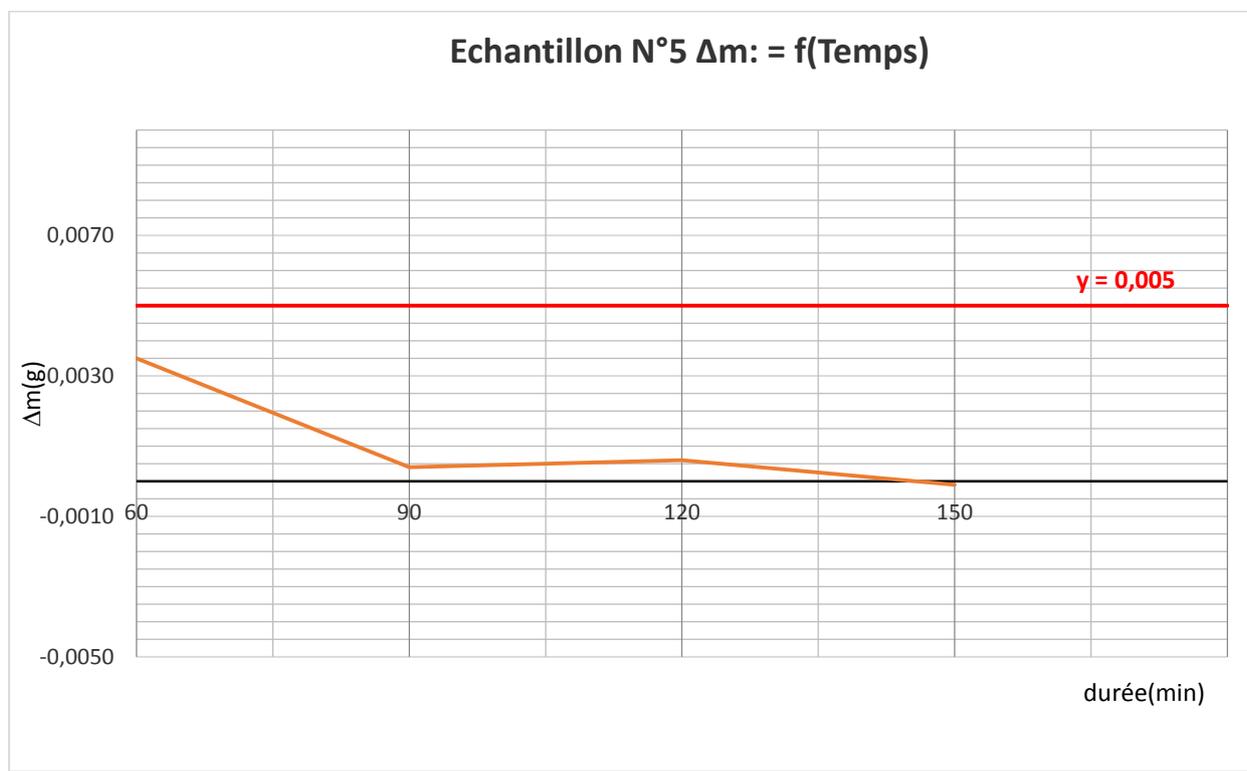
FIGURE 9 : SUIVIE DE LA PERTE DE MASSE DES CENDRES EN FONCTION DU TEMPS (ECHANTILLON 3)

Echantillon N°4



**FIGURE 10 : SUIVIE DE LA PERTE DE MASSE DES CENDRES EN FONCTION DU TEMPS
(ECHANTILLON 4)**

Echantillon N°5



**FIGURE 11 : SUIVIE DE LA PERTE DE MASSE DES CENDRES EN FONCTION DU TEMPS
(ECHANTILLON 5)**

TABLEAU 1 : RESUME DES RESULTATS DES 5 ECHANTILLONS

Echantillon	Temps d'intersection entre $\Delta m = f(t)$ par (min)
1	35
2	56
3	28
4	24
5	31

Interprétation

L'examen des graphes 1, 2, 3, 4 et 5 permet de constater que toutes les intersections entre la courbe $\Delta m = f(\text{temps})$ et la droite $y = 0.005$ correspondent à des temps inférieurs à 60min ; ainsi pour avoir un $\Delta m \leq 0.005g$ il suffira de laisser séjournée l'échantillon au-delà de ce 60min.

Conclusion

Les résultats obtenus justifient d'une façon satisfaisante, le temps de séjour dans le four 850-900°C, pour que deux pesées consécutives d'une masse d'un échantillon de soufre industriel soumis à l'essai, après calcination, ne diffèrent pas de plus de 0,005g, et convient et suffit que t soit $\geq 60\text{min}$.

A l'issu de cette étude ; le laboratoire démontre, quant à l'exigence définie dans l'objet, que le la calcination pendant une heure, le temps adapté par le laboratoire central, est adéquat.

Conclusion générale

Le soufre est un élément chimique qui se trouve dans des minerais, il est utilisé pour la production de l'acide sulfurique ce dernier est très important pour la fabrication de l'acide phosphorique qui est à la base de toutes les productions des engrais.

Dans ce projet nous avons essayé de contrôler la qualité du soufre en cherchant à valider l'efficacité du temps adapté par le laboratoire central.

Le travail réalisé nous a permis :

- ✓ De faire une comparaison entre le temps de séjour qui est déclaré dans le laboratoire central et le temps parcourus au cours des essais.
- ✓ D'étude de l'évolution de la masse du soufre en fonction du temps de séjour à l'étuve à 80°C (temps de séjour au laboratoire central 4h, temps trouvé inférieur à 4h ce qui nous a permis de valider les normes).
- ✓ Détermination des cendres à 850-900°C (temps de séjour au laboratoire central 1h pour une calcination complète, temps trouvé inférieur à 1h ce qui nous a permis de valider les normes).