

Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Influence des paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique
(54%) sur la granulométrie des engrais de type NPK**

Présenté par :

◆ **Majdoub Hafssa**

Encadré par :

- ◆ **Mr EL OUATLI FOUAD (OCP)**
- ◆ **Pr ZAITAN HICHAM (FST, Fès)**

Soutenu Le 06 Juin 2018 devant le jury composé de:

- **Pr. AHMED HARRACH**
- **Pr. HAMMOU SOUHA**
- **Pr. HICHAM ZAITAN**

Stage effectué à OCP

Année Universitaire 2017 / 2018

Dédicace

A ma très chère mère Lalla AICHA,

*Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le
Symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et
l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et
de prier pour moi.*

A mon très cher père Si MOHAMMED,

*Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour,
l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu
pour vous.*

*Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et
nuit pour mon éducation et mon bien être.
Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as
consentis pour mon éducation et ma formation.*

A mon très cher Oncle ALI ELHASSANI et sa famille,

*Vous avez toujours été présents pour les bons conseils.
Votre affection et votre soutien m'ont été d'un aide au
long de ma vie professionnelle et personnelle.*

A mes frères et mes Sœurs,

*Je vous souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de
réussite et de sérénité.*

A tous les membres de ma famille

A mes cher (e)s ami (e)s

A mes chers collègues

A tous les professeurs de la Faculté des sciences et des Techniques de FES

Remerciement

En préambule à ce mémoire nous remercions ALLAH qui nous aide et nous donne la patience et le courage durant ces longues années d'étude.

Je tiens tout d'abord à remercier, la direction de l'industrie chimique de Jorf Lasfar et surtout le personnel de la nouvelle ligne de production des engrais pour l'excellent accueil, les conseils avisés et la bonne humeur.

Mes sincères remerciements au corps professoral et administratif de la Faculté des Sciences et des Techniques de Fès, pour la richesse et la qualité de leur enseignement et qui déploient de grands efforts pour assurer à leurs étudiants une formation actualisée.

*Je tiens également à remercier vivement mon Encadrant pédagogique **Mr HICHAM ZAITAN** pour son aide, son suivi sérieux et ses conseils fructueux qui m'ont aidé à la réalisation de ce travail. Un grand MERCI à mon Parrain Professionnel, **Mr EL OUATLI FOUAD** pour son accueil et le sujet proposé sans oublier son encadrement et sa participation au cheminement de ce rapport.*

*Je tiens à remercier très chaleureusement Chef de Production de L'unité 107A NLDAP, **Mr YOUNES MACHHOUD** pour son accueil, son aide, ses encouragements, son attention, sa gentillesse et les informations nécessaires, à leur disponibilité, malgré leurs nombreuses responsabilités, ainsi que les efforts et conseils qu'ils m'ont cessé de déployer, qui ont fait de ce moment très plaisante et intéressante.*

*Je tiens à remercier également Chef du laboratoire local de la ligne de production des engrais, **Mr EL MISSI ABDERAZZAK** pour le temps qu'il m'a consacré au long de l'expérience enrichissante qu'il m'a permis, sachant répondre à mes questions et m'orienter au bon raisonnement.*

*Je tiens à remercier les membres de Jury, **Mr AHMED HARRACH** et **Mr HAMMOU SOUHA** d'avoir accepté d'évaluer mon travail.*

Enfin, je tiens à remercier mes parents pour leur contribution, leur soutien et leur patience. J'adresse mes plus sincères remerciements à tous mes proches, mes amis (es) et à toutes les stagiaires de l'unité 107A NLDAP pour tous les bons moments partagés ensemble qui ont rendu ce stage particulièrement agréable.

Résumé

Dans le contexte actuel du marché mondial, l'importance est à la fois de produire une quantité suffisante avec une qualité acceptable pour être compétitif et répondre ainsi aux exigences du client.

Le présent travail consiste à optimiser le produit fini de l'atelier d'engrais NPK par l'obtention de la qualité granulométrique désirée. Pour ce faire, nous avons procédé à une identification du problème et un suivi des paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique (54%) qui ont une influence sur la qualité des engrais NPK.

Durant ce travail, nous avons étudié l'influence des paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique (54%) conduisant à produire des engrais NPK de taille différente à celle demandée par le client. A cet effet une étude statistique journalière de l'analyse granulométrique des engrais NPK et celle d'acide ont été réalisés au sein du laboratoire local du groupe OCP.

Cette étude nous a ramené à détecter les paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique (54%) qui ont une influence significative sur la granulométrie des engrais NPK, parmi lesquels nous citons le taux de solide, la densité et le %P₂O₅ de l'acide phosphorique. L'étude réalisée permet par la suite d'élaborer les solutions et les respectives convenables d'optimiser la qualité des engrais de type NPK.

Sommaire

Liste des figures.....	i
Liste des tableaux.....	ii
Liste des abréviations	iii

Introduction Générale	1
------------------------------------	----------

Chapitre 1 : Présentation de l'entreprise d'accueil, généralités sur les engrais et procédés de fabrication

Introduction	2
I. Présentation du groupe OCP	2
2. Aperçu historique	3
3. Sites de l'OCP	4
4. Ports desservant les centres de production	4
II. Filiales du groupe OCP	6
III. Présentation du pôle Industriel Jorf Lasfar	6
III.1 Atelier Sulfurique.....	7
III.2 Atelier phosphorique.....	7
III.3 Atelier Traitement des Eaux Douces	8
III.4 Atelier des utilités	8
IV. Revue bibliographique	8
1. Généralité sur les engrais.....	8
V. Processus de production des engrais	10
V.1 Processus de production des engrais azotés.....	10
V.2 Description des étapes du procédé.....	11
Conclusion	15

Chapitre 2 Etude bibliographique sur la Granulométrie et description générale des méthodes d'analyses effectuées au sein du laboratoire local

Introduction	16
I. Présentation des différentes méthodes d'analyse de la granulométrie	16
I.1 Granulométrie	16
I.2 L'analyse granulométrique	16

II.	Description générale des méthodes d'analyse effectuées au sein du laboratoire.....	17
II.1	Analyse de granulométrie	17
II.2	Analyse de Taux de solide	18
II.3	Analyse du rapport molaire.....	18
II.4	Analyse du %P ₂ O ₅	19
II.5	Analyse d'Azote N ₂	20
II.6	Analyse de K ₂ O par volumétrie	21
II.7	Analyse de densité	22
Conclusion		22

Chapitre 3 Etude critique sur l'influence des paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique H₃PO₄(54%) sur la granulométrie des engrais NPK

Introduction	22
I. Caractéristiques physicochimiques des engrais NPK	23
II. Etude critique de l'influence des paramètres physicochimiques de L'AP (54%) sur la qualité des engrais NPK	24
II.1 Les éléments de trace	24
II.2 Autres Facteurs	24
III. Résultats expérimentaux	25
III.1 Influence du taux de solide (%TS) sur la granulométrie des engrais NPK	26
III.2 Influence du taux de solide (%TS) sur % P ₂ O ₅ des engrais NPK.....	26
III.3 Influence de la densité de l'acide phosphorique (54%) sur la granulométrie des engrais NPK 27	
III.4 Influence de la densité d l'acide phosphorique 54% sur % P ₂ O ₅ des engrais NPK.....	28
III.5 Influence de P ₂ O ₅ de l'acide phosphorique 54% sur % P ₂ O ₅ des engrais NPK.....	29
Conclusion	30
Conclusion Générale	31

Liste des figures

<i>Figure 1 : Logo du Groupe OCP.....</i>	<i>2</i>
<i>Figure 2 : Carte des principaux sites d'Implantation d'OCP au Maroc.....</i>	<i>4</i>
<i>Figure 3: Processus de production des engrais.....</i>	<i>10</i>
<i>Figure 4: Schéma descriptif du Préneutraliseur.....</i>	<i>11</i>
<i>Figure 5: Schéma descriptif du Granulateur.....</i>	<i>12</i>
<i>Figure 6: Schéma descriptif de sécheur.....</i>	<i>12</i>
<i>Figure 7: Schéma descriptif des cribles et des broyeurs</i>	<i>13</i>
<i>Figure 8: Schéma descriptif de l'enrobeur</i>	<i>14</i>
<i>Figure 9: schéma simplifié du lavage des gaz et assainissement</i>	<i>15</i>
<i>Figure 10: Variation du taux de solide en fonction de la granulométrie (%)</i>	<i>26</i>
<i>Figure 11: Variation du taux de solide en fonction de %P₂O₅ des NPK</i>	<i>27</i>
<i>Figure 12: Variation de la densité de l'acide phosphorique en fonction.....</i>	<i>28</i>
<i>Figure 13: Variation de la densité de l'acide phosphorique en fonction.....</i>	<i>28</i>
<i>Figure 14: Variation de %P₂O₅ de l'acide phosphorique en fonction</i>	<i>29</i>

Liste des Tableaux

<u>Tableau 1: Fiche signalétique du Groupe OCP</u>	4
<u>Tableau 2: Profile des engrais fabriqués à Jorf Lasfar</u>	9
<u>Tableau 3: Spécifications physicochimiques de l'AP (54%) et des engrais NPK</u>	23
<u>Tableau 4: Résultats des analyses de l'AP (54%) et des engrais NPK</u>	25

Liste des abréviations

<u>OCP</u>	:	Office chérifien des phosphates
<u>IMACID</u>	:	Indo Maroc Phosphore
<u>EMAPHOS</u>	:	Euro Maroc Phosphore
<u>MP III-IV</u>	:	Maroc Phosphore III-IV
<u>PAKPHOS</u>	:	Pakistan Maroc Phosphore
<u>I.P.S.E</u>	:	Institut de Promotion Socio-éducative
<u>AP</u>	:	Acide phosphorique
<u>DAP</u>	:	Di-ammonium phosphate
<u>MAP</u>	:	Mono-ammonium phosphate
<u>TSP</u>	:	Triple super phosphate
<u>NPK</u>	:	Azote, phosphate, potassium
<u>ASP</u>	:	Ammonium super phosphate
<u>TS</u>	:	Taux de solide

Introduction Générale

L'office chérifien des phosphates adopte depuis plusieurs années une stratégie d'amélioration continue visant à l'optimisation du procédé de la fabrication de son produit NPK afin de répondre aux exigences du client et pouvoir se distinguer vis-à-vis ses concurrents d'engrais dans le marché international.

Le présent travail rentre parfaitement à cette stratégie visant à l'optimisation de la qualité physicochimique (la granulométrie) de l'engrais NPK, en déterminant les paramètres influençant cette dernière. A cet effet, nous avons réalisé une étude générale concernant les paramètres physicochimique de l'acide phosphorique (54%) ayant pour objectif de déterminer leur influence sur la granulométrie des engrais type NPK. En effet, la granulométrie des engrais constitue l'une des principales préoccupations de l'unité de production des engrais. Cette qualité demandée dépend des exigences des clients et une simple perturbation de la marche de production influe sur la qualité du produit fini. Il est donc primordial non seulement de maîtriser le procédé de fabrication pour satisfaire ces exigences, mais aussi il est essentiel que les lignes de production travaillent dans des conditions optimales pour une meilleure productivité et rentabilité de la qualité des engrais.

Dans l'objectif d'assurer la satisfaction des clients et de continuer à améliorer et satisfaire les exigences internes, le groupe OCP s'est engagé dans une démarche de qualité au niveau de tout le processus de production, dans ce cadre vient le présent stage de projet de fin d'étude qui a pour objectif le de maîtriser la qualité des engrais produits et du procédé de fabrication. Nous avons étudié l'impact de la qualité de l'acide phosphorique sur la qualité des engrais type NPK, à savoir les titres du produit fini et la granulométrie.

Le rapport est composé de trois chapitres :

- **Le premier chapitre** concerne une présentation du Groupe OCP et du Jorf Lasfar ainsi que le procédé de production des engrais NPK.
- **Le deuxième chapitre** concernera une description générale des différentes méthodes d'analyses physiques et chimiques de l'acide phosphoriques et des produits finis.
- **Le troisième chapitre** traite l'influence des paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique H_3PO_4 (54%) sur la granulométrie des engrais type NPK.

Chapitre 1

Présentation de l'entreprise d'accueil, généralités sur les engrais et procédés de fabrication

Introduction

Ce chapitre constitue une présentation abrégée du groupe OCP particulièrement le pôle industriel de Jorf Lasfar et ses différentes activités, ainsi que l'atelier PE/E107B NLDAP, lieu du déroulement de stage. Le souci de produire les engrais Azotés (NPK).

I. Présentation du groupe OCP

1. Groupe OCP

L'office chérifien des phosphates (OCP) est la 1^{ère} entreprise du royaume. Leader mondial sur le marché du phosphate depuis sa création par l'Etat marocaine ; spécialisée dans l'extraction, la valorisation et la commercialisation du phosphate et de ses dérivés.

Principalement utilisé dans la fabrication des engrais, le phosphate provient du sous-sol marocain (plus de 23 millions de tonnes de minerais sont extraites). Selon les cas, le minerai subit une ou plusieurs opérations de traitement (criblage, séchage, calcination, flottation, enrichissement à sec). Une fois traité, il est exporté tel quel 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 de phosphorique purifié, engrais solides (on parle alors de valorisation).

Au niveau mondial ; l'industrie des engrais est le principal débouché du phosphate (90%), c'est principalement pour la fertilisation de terres arables que les phosphates minéraux présente une importance primordiale ; ainsi que le développement d'autre usage industriels : détergents, métallurgie, industrie pharmaceutique, pétrolière, alimentaire, textile.

Le logo du Groupe OCP (Figure 1) symbolise une dent de requin, fossile courant des phosphates marocains. Cette figure est reproduite cinq fois à l'identique rappelant, d'une part, l'étoile du drapeau national et, d'autre part, les cinq continents où se retrouvent les marchandises de l'OCP. L'ensemble est inscrit dans un cercle autour du quel sont disposés deux épis croisés en arc de cercle, symboles de fertilité et de croissance.



Figure 1 : Logo du Groupe OCP

a. Activité du Groupe OCP

L'activité industrielle des phosphates est répartie en deux catégories :

- L'activité minière qui consiste à l'extraction minière de phosphate et au traitement.
- L'activité chimique qui consiste à la valorisation du phosphate pour être transformé en produits dérivés Commercialisables : Acide phosphorique de base, Acide phosphorique purifié et Engrais solides.

b. Rôle économique du Groupe OCP

Le Groupe OCP joue un rôle important sur le plan économique et social du pays, vu à l'effectif du personnel qu'il emploie (28.000 Agents environ, dont 710 ingénieurs et assimilés). Il détient le monopole de la recherche, de l'exploitation, de la valorisation et de la commercialisation du phosphate et de ses dérivés.

L'OCP est le premier exportateur mondial de phosphates sous toutes ses formes, Le groupe écoule 95% de sa production en dehors des frontières nationales. Opérateur international, il rayonne sur les cinq continents de la planète.

2. Aperçu historique

L'existence des phosphates au Maroc a été confirmée vers l'année 1917 dans la région d'Oued Zeem De ce fait, le dahir du 27 janvier 1920 a réservé à l'état marocain le droit de la recherche du phosphate sur tout le royaume .Pour l'exploitation de cet énorme potentiel, le gouvernement Marocain a créé en 1920 l'office Chérifien des phosphates qui dispose du monopole de l'extraction, du traitement, de la valorisation et de la commercialisation des phosphates ainsi que de leurs dérivés.

Le Maroc est certes le pays qui dispose des plus grandes réserves de phosphates dans le monde, elles sont de l'ordre 69 Milliard de tonnes de minerai, ce qui représente 75 % des réserves mondiales. Mais cela ne suffit guère pour assurer son développement industriel. De ce fait, le Maroc s'est lancé dans la valorisation d'une grande partie de ses phosphates par la mise en place du complexe industriel de Jorf Lasfar qui a démarré sa production en 1986.

Cette unité qui s'étend sur 1.700 hectares, produit chaque année 2 millions de tonnes P_2O_5 sous forme d'acide phosphorique, nécessitant la transformation de 7.7 millions de tonnes de phosphate extrait des gisements de Khouribga, 2 millions de tonnes de soufre et 0.5 millions de tonnes d'ammoniac.

Le tableau ci-dessous représente l'Office Chérifien des phosphates en bref :

Raison sociale	Office Chérifien des Phosphates OCP
Numéro du registre de commerce	Casablanca 40.327
Date de création	Dahir du 07/08/1920
Mise en place de la structure d'un	Juillet 1975
Siège Social	Angle Route d'El Jadida et BD de la Grande Ceinture, B.P 5196 Casa Mâarif, Casablanca
Sites d'exploitation minière	Khouribga, Youssoufia/Benguérir, Boucraâ/Laâyoune
Sites de Valorisation chimique	Safi, Jorf-Lasfar
Ports d'embarquements	Casablanca, Safi, Jorf-Lasfar, Laâyoune
Directeur Général	Mr. TERRAB
Effectifs	19874 dont 856 ingénieurs et équivalents.
Site Web	www.ocpgroupe.ma
Chiffre d'affaires à l'export	2,055 milliards de dollars
Produits commercialisés	Phosphate, Acide Phosphorique, Engrais

Tableau 1: Fiche signalétique du Groupe OCP

3. Sites de l'OCP

La figure 2 représente les différents sites d'implantation d'OCP :

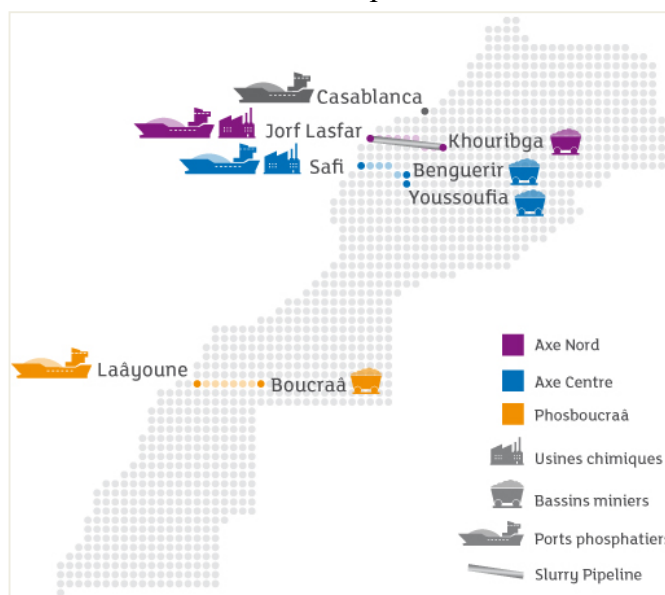


Figure 2 : Carte des principaux sites d'Implantation d'OCP au Maroc

a. Sites miniers

Le minerai de phosphate est extrait du sous-sol marocain qui possède les trois-quarts des réserves mondiales. On peut citer comme sites d'extraction et de traitement :

- *Khouribga* :

Les réserves sont estimées à plus de 35 milliards de m³. La capacité de production s'élève à 19 millions de tonnes par an.

- *Benguérir* :

À 17 km à l'est de Benguérir se situe une mine à ciel ouvert. Une série d'études vise à faire passer le potentiel d'extraction de 3,10 à 4,5 millions de tonnes par an à l'horizon 2018.

- *Yousseoufia* :

Les réserves sont de l'ordre de 10,2 milliards de m³.

- *Boucraâ-Laâyoune* :

Les réserves sont estimées à 1,13 milliard de m³. La capacité de production est de l'ordre de 2,4 millions de tonnes par an.

b. Sites Chimiques

Depuis 1965, le Groupe OCP s'est doté de complexes chimiques spécialisés dans la production d'acide phosphorique et d'engrais. Ces derniers sont :

- *Safi* :

Phosphates de Gentour (région englobant les sites de Benguérir et de Yousseoufia). Il se compose de trois unités : Maroc Chimie, Maroc Phosphore I et Maroc Phosphore II. L'unité peut produire chaque année 400 000 tonnes d'acide phosphorique et trois types d'engrais : 500 000 tonnes de TSP 30 000 tonnes d'ASP et 250 000 tonnes de NPK.

- *Jorf Lasfar* :

S'agissant du site d'accueil, le complexe industriel de Jorf Lasfar sera décrit d'une manière plus détaillée dans le paragraphe suivant.

4. Ports desservant les centres de production

- Casablanca : pour le phosphate brut en provenance de Khouribga.
- Jorf Lasfar : pour le phosphate en provenance de Khouribga et les produits dérivés fabriqués à Jorf Lasfar.
- Safi : pour le phosphate en provenance de Yousseoufia et les produits dérivés fabriqués à Safi.
- Laâyoune : pour le phosphate en provenance de Boucraâ.

La multiplicité des ports d'embarquement apporte une souplesse et une sécurité d'approvisionnement pour les clients. Elle constitue un atout supplémentaire pour la satisfaction de leurs besoins.

II. Filiales du groupe OCP

L'office chérifien des phosphates a créé plusieurs filiales qui forment à ce jour le groupe OCP :

- SOTREG : (Société des Transports Régionaux) comme son nom l'indique, elle assure le transport des agents O.C.P.
- SMESI : (Société Marocaine d'Etudes Spéciales et Industrielles) chargée d'assurer des études industrielles objectives et pratiques pour le compte de l'OCP.
- MARPHOCEAN : (Société de Transport Maritime des Produits Chimiques) cette dernière est chargée d'assurer le transport maritime des produits chimiques du groupe.
- I.P.S.E : (Institut de Promotion Socio-éducative) elle dispense un enregistrement fondamental de qualité pour les fils des agents du groupe
- MAROC PHOSPHORE I, II, III et IV : chargé du traitement industriel du phosphate et de sa mise en valeur en produisant les principales dérivées de ce minéral.
- PHOSBOUCRAA : Extraction et traitement (lavage et séchage) du phosphate du gisement Boucraâ.
- CERPHOS : Centre d'Etude de Recherche des Phosphates Minéraux.

III. Présentation du pôle Industriel Jorf Lasfar

Le complexe des industries chimiques de Jorf Lasfar a été mis en exploitation en 1986. Il est situé à 20 Km au sud –ouest de la ville d'El Jadida. Il regroupe les industries Chimiques de valorisation de minerais de phosphates et de production des engrais phosphatés et /ou azotés.

Le site de Jorf Lasfar comprend les entités suivantes :

- MAROC PHOSPHORE (Ateliers III-IV) :
Société anonyme créée en 1973 et détenue à 100% par l'OCP. Ses activités consistent en la production d'acide phosphorique et d'engrais à Safi et Jorf Lasfar et leur exportation.
- EMAPHOS :
- Euro Maroc Phosphore (1/3 OCP, 1/3 Prayon, 1/3 CFB) projet a été mené en collaboration avec des partenaires Belges (PRAYON) et Allemands (CHEMISCHE FABRIK BUDENHEIM) il a démarré en 1998 pour la production d'acide phosphorique purifiée.
- IMACID :
- Indo-Maroc Phosphore (Imacid) est créée par l'OCP et la société Chambal Fertilizer and Chemicals Ltd du Groupe Birla (Inde) et est une usine d'acide phosphorique, qui a démarré en 1999.
- PAKPHOS :
«Pakistan Maroc Phosphore», en partenariat avec le groupe pakistanais FAUJI qui a démarré en 2007 pour la production de l'acide phosphorique.

- **BUNGE :**

Joint-venture entre l'OCP et une société brésilienne. Sa capacité de production est également de l'ordre de 375 000 tonnes d'acide phosphorique par an.

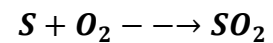
Le complexe MAROC PHOSPHORE comprend plusieurs ateliers :

III.1 Atelier Sulfurique

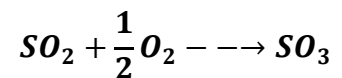
L'atelier sulfurique est constitué de six lignes de production, leur but est la fabrication d'acide sulfurique à partir du soufre, et la production de l'énergie calorifique sous forme de vapeur d'eau haute et moyenne pression qui sera utilisé par la centrale thermoélectrique pour la production d'électricité.

la fabrication de l'acide sulfurique est réalisée selon trois étapes essentielles :

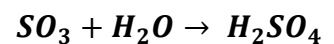
1. La combustion : pour former l'anhydride sulfureux(SO_2) :



2. La conversion : pour former l'anhydride sulfurique (SO_3) :

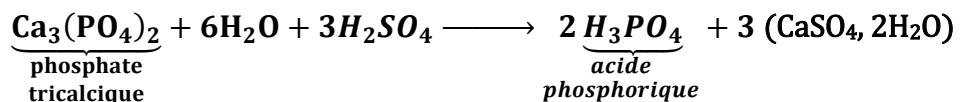


3. L'absorption : pour former l'acide sulfurique (H_2SO_4) :



III.2 Atelier phosphorique

Cet atelier est composé de 8 lignes de production d'acide phosphorique (29%) de capacité de 500 tonnes en P_2O_5 /j et 16 unités de concentration d'acide d'une capacité de 300 tonnes en P_2O_5 par jour. La production de l'acide phosphorique se fait à partir de l'attaque des phosphates bruts broyés par l'acide sulfurique (98%) et l'acide phosphorique (19%) en milieux aqueux, le mélange est une bouillie constituée d'acide phosphorique, de gypse et d'impuretés. Selon la réaction :



III.1 Atelier 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** : Di-ammonium Phosphate avec une teneur de 46% en P_2O_5 ;
- **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 (Azote, Phosphate, Potassium).

III.3 Atelier Traitement des Eaux Douces

L'installation de traitement des eaux a pour rôle de traitement, de stockage et de la distribution des différentes qualités d'eaux aux consommateurs.

III.4 Atelier des utilités

L'atelier des utilités est composé de :

- Une centrale thermoélectrique avec 3 groupes turboalternateurs de 37 MW chacun ;
- Une station de traitement d'eau de 2.000 m³/h ;
- Une station de reprise d'eau de mer de 60.000 m³/h ;
- Une station de compression d'air pour les besoins du procédé et de l'instrumentation.

IV. Revue bibliographique

1. Généralité sur les engrais

a. Définition

Les engrais sont des substances organiques ou minérales qui contiennent les éléments nutritionnels pour les plantes que ça soit l'azote, le phosphore et le potassium, dont la fonction principale est d'apporter aux plantes leur besoin aux éléments directement utiles à leur nutrition, afin d'améliorer leur croissance, et à augmenter le rendement et la qualité des cultures. L'action consistant à apporter un engrais s'appelle la fertilisation.

Les engrais apportent :

- **Des éléments de base** : azote (N), Phosphore (P), potassium(K) ; on parle également des engrais NPK, NK, NP, PK ;
- **Des éléments secondaires** : calcium (Ca), soufre (S), magnésium (Mg) ;
- **Des Oligo-éléments** : tels que fer (Fe), le manganèse (Mn), le molybdène (Mo), le cuivre (Cu), le bore (B), le zinc (Zn), le chlore (Cl), le sodium (Na), le cobalt (Co), le vanadium (V) et le silicium (Si).

L'azote : contribue au développement végétatif de toutes les parties aériennes de la plantes, il est profitable au développement des fruits, des fleurs ou des bulbes.

Le phosphore : renforce la résistance des plantes et contribue au développement racinaire.

Le potassium : contribue à favoriser la floraison et au développement des fruits.

b. Terminologie des engrais

Les engrais minéraux sont des substances d'origine minérale, produites par l'industrie chimique, ou par l'exploitation des gisements naturels de phosphate et de potasse. Se présentent soit sous forme de particules solides de taille comprise entre 2mm et 4 mm, généralement granulé, pour faciliter leur stockage et leur épandage, soit sous forme liquide, en solution aqueuse de sels fertilisant.

On distingue deux types des engrais :

- **Engrais simples** : ne contenant qu'un seul des éléments fertilisants majeurs (azote, phosphore ou potassium). Ils peuvent être alors azotés, phosphatés ou potassiques.
- **Engrais composés** : ce sont des engrais groupés qui peuvent contenir, 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 conventionnellement par: La teneur en azote (N), en anhydride phosphorique P_2O_5 et en oxyde de potassium K_2O et dans le cas des engrais composés, les teneurs sont exprimées en pourcentage massique dans la formule de l'engrais selon l'ordre : N – P_2O_5 – K_2O .

Le P_2O_5 se trouve dans les engrais sous trois formes :

- **% P_2O_5 SE**: Anhydride phosphorique soluble dans l'eau. Il s'agit du phosphate mono calcique $Ca(H_2PO_4)_2$.
- **% P_2O_5 SE+C**: Anhydride phosphorique soluble dans l'eau, plus la partie soluble dans les citrates et insoluble dans l'eau. Il s'agit du phosphate bi calcique $CaHPO_4$.
- **% P_2O_5 T**: Anhydride phosphorique total présent dans le produit.

c. Formule des engrais fabriqués à partir du phosphate naturel

Les types et la composition des engrais fabriqués à Jorf Lasfar à partir du phosphate naturel sont récapitulés dans le tableau suivant :

	DAP	MAP	NPK	ASP
N2%	18.0	11.0	14.0	19.0
P_2O_5%	46.0	52.0	28.0	38.0
K_2O%	0.0	0.0	14.0	0.0
Humidité %	1.5	1.5	1.5	4.5

Tableau 2: Profile des engrais fabriqués à Jorf Lasfar

La figure 3 reprend le processus de production des principaux engrais solides obtenus à partir du phosphate brute :

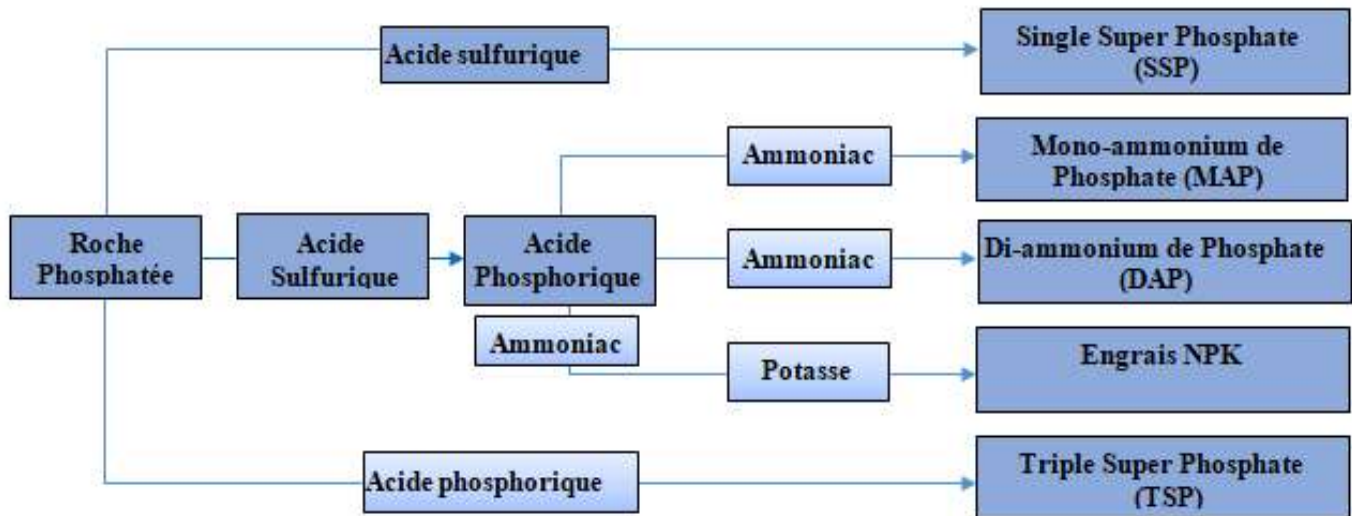


Figure 3: Processus de production des engrais

V. Processus de production des engrais

L'atelier des fertilisants Maroc Phosphore III et IV est constitué de sept lignes de production, quatre anciennes lignes (démarrés en 1986) et trois nouvelles lignes (107B et 107C sont démarrés en 2013 et 107A en 2007) plus des unités annexes. Ces nouvelles lignes fonctionnent sous un procédé de JACOBS ENGINEERING.

V.1 Processus de production des engrais azotés

La fabrication des engrais azotés consiste une neutralisation d'acide phosphorique ce qui donne lieu à une réaction de neutralisation exothermique .Selon le procédé « Jacobs », qui peut être scindée en six étapes principales :

1. La réaction (pré neutralisation) ;
2. La granulation ;
3. Le séchage ;
4. La classification ;
5. Le conditionnement du produit (refroidissement + enrobage) ;
6. Lavage des gaz et assainissement.

Les matières premières utilisées pour la production des engrais sont : l'acide phosphorique à des concentrations de 29% et 54% en P_2O_5 , l'ammoniac liquide et gaz et l'acide sulfurique.

V.2 Description des étapes du procédé

1. Réaction

L'opération de la réaction débute dans le préneutraliseur qui est sous forme d'une cuve cylindrique, où sont introduits chacun de l'acide phosphorique (54%), l'acide sulfurique, le liquide de lavage des gaz aspirés à partir des différents équipements de l'installation, et l'ammoniac gazeux. Le mélange est agité par un agitateur vertical qui favorise l'homogénéisation du produit.

La figure 4 reprend la structure du préneutraliseur ainsi que les produits entrants et sortants :

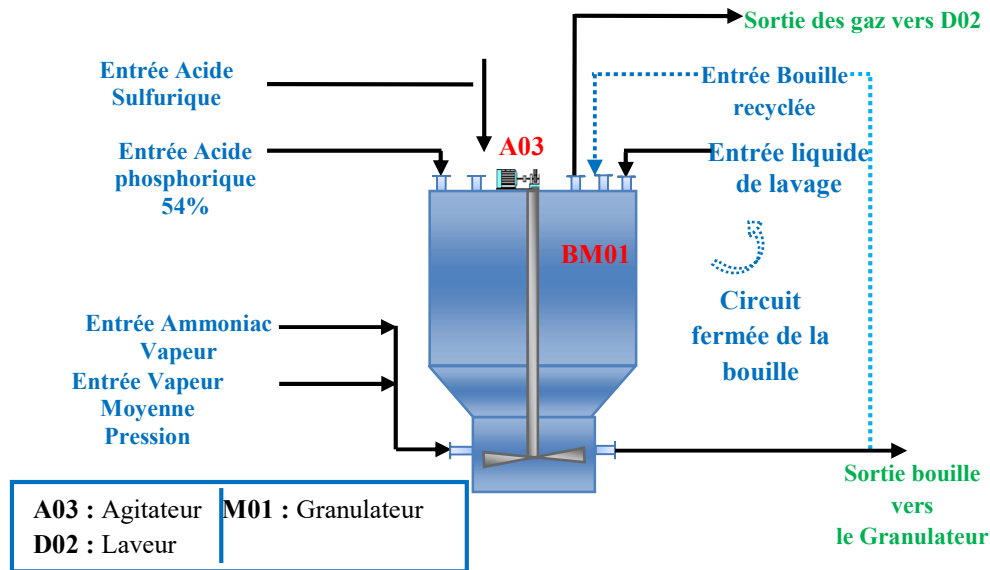


Figure 4: Schéma descriptif du Préneutraliseur

Le principe de la fabrication consiste à produire un mélange de phosphate d'ammonium appelé bouillie par neutralisation d'acide phosphorique par l'ammoniac selon les réactions suivantes :

- Production du Mono Ammonium Phosphate :



- Production du Di-Ammonium Phosphate :



- Production du Sulfate d'Ammonium :



L'acide sulfurique ajouté à ce mélange réagit 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 P_2O_5 du produit fini.

Les principaux paramètres qui influencent la réaction sont : La température, le rapport molaire, la densité de l'acide phosphorique et le débit de la bouillie. Ces paramètres doivent être contrôlés

de telle manière que le produit résultant présente les meilleurs caractéristiques physico-chimiques répondant aux normes de la qualité.

2. Granulation

La bouillie préparée dans le préneutraliseur, s'écoule à l'aide d'une pompe vers le granulateur où elle se transforme en un produit granulé de dimensions bien déterminées.

La figure 5 reprend la structure du granulateur :

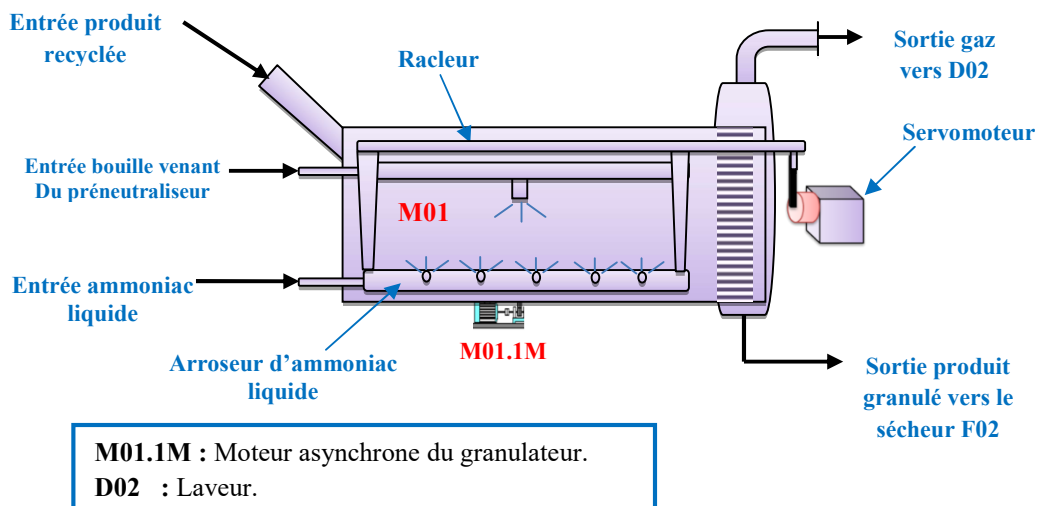


Figure 5: Schéma descriptif du Granulateur

A l'aide d'un réacteur tubulaire de granulateur, la bouillie est pulvérisée travers des buses de pulvérisation sur un lit de matière sèche recyclée. Le mouvement de rotation du granulateur permet une distribution uniforme et produit une couche de granulés durs. C'est à ce stade qu'a lieu la seconde neutralisation de l'acide phosphorique contenu dans la bouillie.

Le produit granulé mouillé sortant du granulateur traverse une grille située à la sortie de la virole est acheminée ensuite vers le sécheur via une goulotte spécialement conçue pour éviter son colmatage.

3. Séchage

Le produit granulé est introduit dans le tube sécheur alimenté en gaz chauds par une chambre de combustion selon la figure 6 :

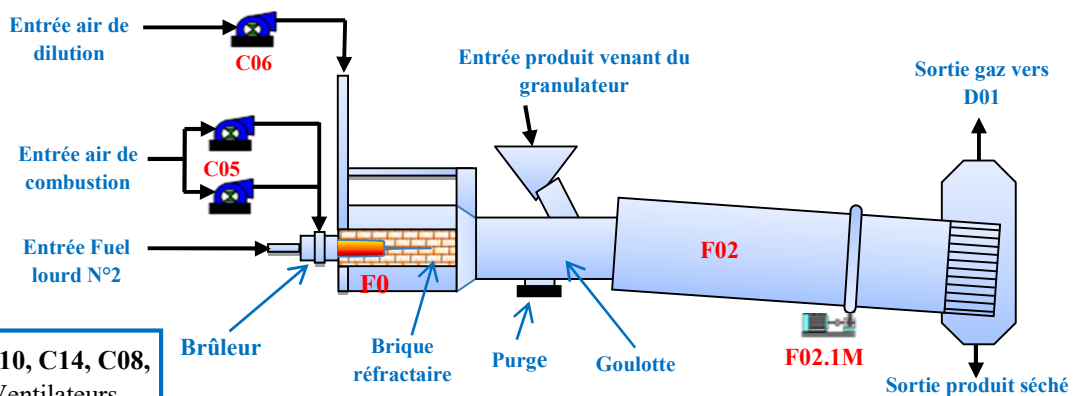


Figure 6: Schéma descriptif de sécheur

Le séchage a pour rôle de réduire l'humidité contenue dans le produit. Cette extraction d'eau se fait par contact entre la masse gazeuse obtenue par la combustion du fuel.

4. Classification Granulométrique

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

L'unité de production est équipée de 4 cribles à doubles étages S01, S02, S03 et S04, munis de moteurs entraînant des systèmes de balourd, 2 cribles finisseurs S06 et S11, muni chacun de 4 moteurs vibrants ainsi que 4 broyeurs pour broyer les sur granulés B01, B02, B03 et B04.

Pour améliorer l'efficacité du criblage, chaque crible est équipé d'un distributeur vibrant T21, T22, T23 et T24, aussi T25 et T26 pour cribles finisseurs en assurant une répartition du produit sur toute la surface du tamis.

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.

La figure 7 présente un schéma simplifié de la classification granulométrique :

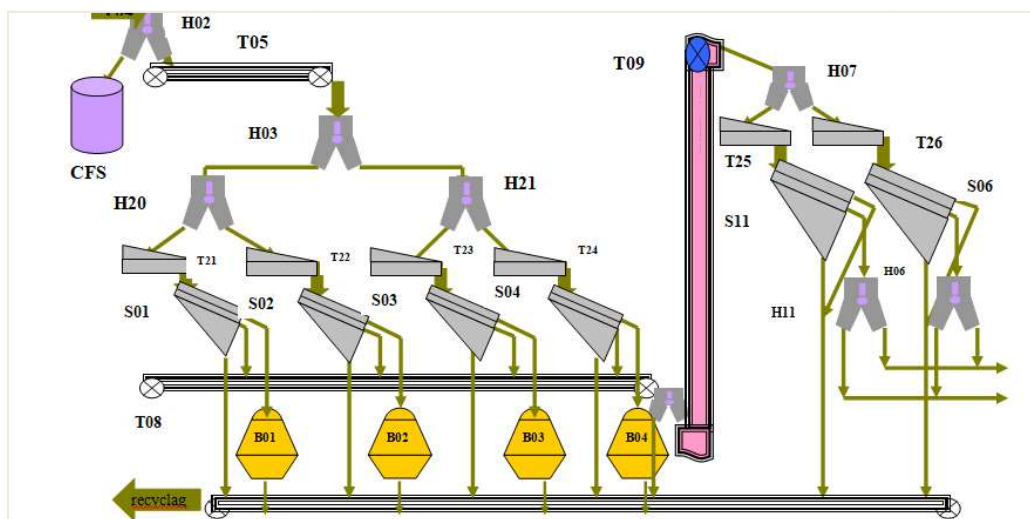


Figure 7: Schéma descriptif des cribles et des broyeurs

5. Conditionnement du produit

a. Le Refroidissement

Le produit venant des tamis finisseurs alimente par gravité le refroidisseur E02 du produit à lit fluidisé dont le rôle est diminuer la température du produit fini à 50°C par mise en contact avec l'air

ambient aspiré par deux ventilateurs C03 et C04 à travers deux échangeurs E01 et E08. Ils comportent deux batteries : batterie froide où l'air est refroidit en rentrant en échange thermique avec NH_3 , batterie chaude où l'air est réchauffé à une température de 27°C via un échange avec la vapeur.

Le produit sortant du refroidisseur alimente un élévateur à godets T11 qui alimente à son tour un enrobeur M02.

b. L'enrobage

Le produit sortant du refroidisseur à une température de 50°C alimente l'enrobeur par l'élévateur à godets T11 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 et le dégagement de la poussière.

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

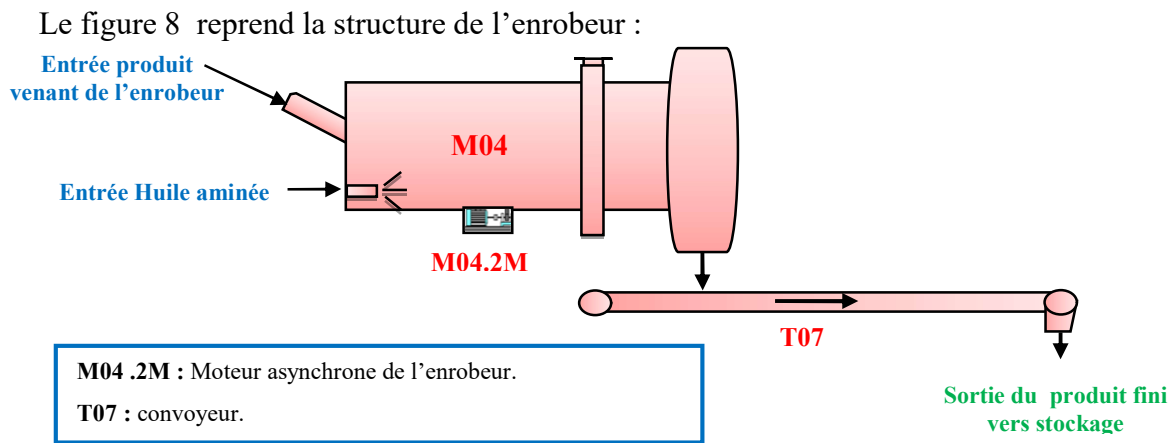


Figure 8: Schéma descriptif de l'enrobeur

6. Lavage des gaz et assainissement

L'assainissement consiste à récupérer et à traiter les émanations des équipements (broyeurs, cribles, refroidisseur, etc. ...) afin de diminuer les pertes de matières (Engrais, Acide phosphorique, Ammoniac) et de soulager les équipements .Il consiste à aspirer les gaz en créant une dépression au niveau des équipements puis à récupérer les solides par des cyclones et enfin à évacuer les gaz ainsi débarrassés de leurs poussières.

Lavage des gaz consiste à éliminer le maximum de poussière, surtout l'ammoniac, l'acide fluorhydrique et le fluorure de silicium.

Le système de lavage compose de quatre laveurs :

- Pré-laveur.
- Laveur sécheur.
- Laveur de poussières et fumée.

- Laveur de gaz final.

Les gaz contenant de l'ammoniac, des poussières et de la vapeur d'eau sortant du Granulateur subissent un prélavage au niveau de la gaine du Granulateur, puis il sont acheminés vers le laveur D02 où ils sont traités avec les gaz issus du préneutraliseur, une majeure partie de l'ammoniac est enlevée (a peut près de 70%) en réagissant sur l'acide phosphorique partiellement neutralisé constituant ainsi le liquide de lavage dont la circulation est assurée moyennant la pompe P03.

Après leur lavage dans le laveur D02 les gaz s'acheminent vers les laveurs D07 et D09 où ils subissent un deuxième lavage afin de récupérer l'ammoniac s'échappant de D02. La solution utilisée est une solution de phosphate mono-ammoniaque dilué et d'acide phosphorique circulant via la pompe P12.

La figure 9 représente un schéma simplifié du lavage des gaz :

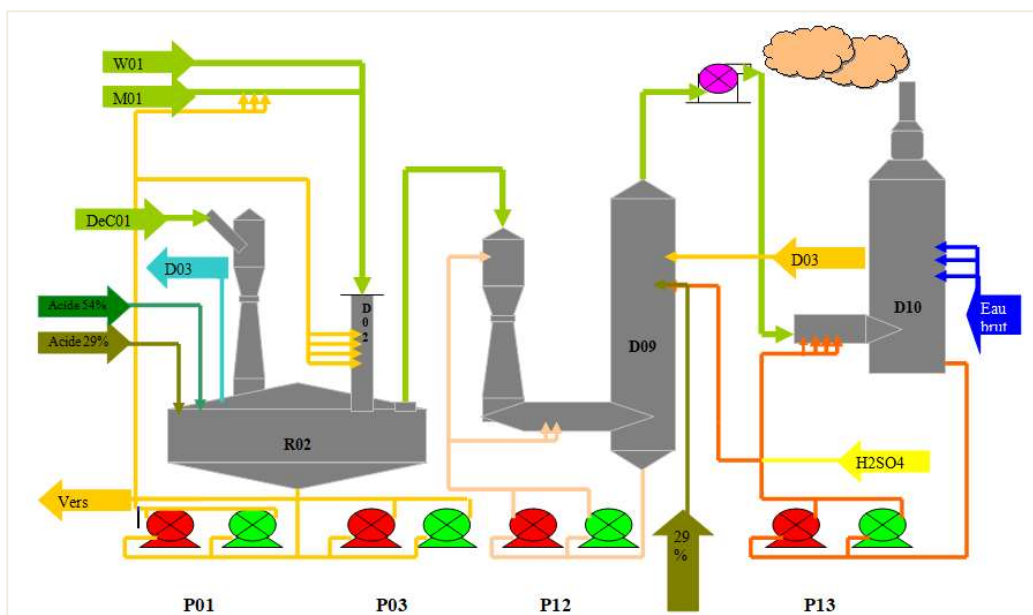


Figure 9: schéma simplifié du lavage des gaz et assainissement

Conclusion

Les éléments fertilisant majeurs sont l'azote, le phosphore et le potassium. Ils se trouvent à l'état naturel mais ils ne sont pas directement utilisable comme engrais, c'est la raison pour laquelle l'industrie prépare une gamme des engrais chimique dont la consommation est en pleine croissance. Les engrais se trouvent sous plusieurs formes mais les engrais granulés sont de plus en plus utilisés à l'échelle internationale notamment les engrais MAP, DAP et NPK précisément pour les pays Africain. Le procédé de fabrication des engrais selon le procédé JACOBS se fait en plusieurs étapes :

La préneutralisation, la granulation, le séchage, la classification granulométrique, le refroidissement et l'enrobage.

Chapitre 2

Etude bibliographique sur la Granulométrie et description générale des méthodes d'analyses effectuées au sein du laboratoire local

Introduction

Le laboratoire local du service production engrais est une unité qui a pour but de contrôler la qualité du produit et le bon déroulement des étapes du processus engrais, pour cela on s'intéresse par l'étude des différentes méthodes d'analyse effectuée au sein du laboratoire local notamment l'analyse granulométrique et les différents paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique utilisé pour la production des engrais de type NPK.

I. Présentation des différentes méthodes d'analyse de la granulométrie

I.1 Granulométrie

C'est l'étude de la distribution statique des tailles d'une collection d'éléments finis de matière naturelle ou fractionnée.

I.2 L'analyse granulométrique

L'analyse granulométrique est l'opération consistant à étudier la répartition de différents grains d'un échantillon en fonction de leurs caractéristiques (poids et taille).

En fonction de la dimension et du nombre des grains composant un granulat, on dénomme les granulats : fins, sables, gravillons ou cailloux. Cependant, pour un granulat donné, tous les grains qui le constituent n'ont pas tous la même dimension. Dans ce cas, on procède au classement des grains par plusieurs méthodes.

Il y a plusieurs méthodes d'analyse granulométrique parmi ces méthodes :

a. Tamisage

Qui se base sur le principe de la séparation mécanique. Le tamisage est une méthode d'analyse granulométrique et aussi l'une des plus largement utilisée car il est peu coûteux.

Principe de base consiste à déviser un matériau pulvérulent en le faisant passer à travers un ou plusieurs tamis décroissantes en haut vers le bas et par vibration on répartit les grains selon leur grosseur.

b. Sédimentation

Cette méthode utilise la loi de Stokes décrivant la chute d'une particule dans un liquide, cette méthode peu coûteuse est très ordinaire

c. Le compteur Coulter

Il est basé sur la variation de résistance provoquée par les particules placées dans un champ électrique, les particules sont au préalable mises en suspension dans un liquide électrolyte. La résistance est mesurée entre deux électrodes placées de part et d'autre d'un orifice calibré à travers lequel les particules sont aspirées.

d. Analyse par imagerie

L'imagerie permet de visualiser des objets en deux dimensions et l'analyse des images permet d'apprécier non seulement la taille mais aussi la forme des particules.

e. Granulométrie laser

Est une méthode qui n'est pas si différente des méthodes citées précédemment étant donné qu'elle permet aussi de mesurer la dispersion granulométrique des différentes matrices (soufre, engrais, phosphates, ...) mais elle se base sur l'intégration de l'interaction de la lumière avec la matrice.

II. Description générale des méthodes d'analyse effectuées au sein du laboratoire

Le laboratoire local de l'unité de production des engrais est un laboratoire visant le contrôle de la qualité des produits aux différentes étapes de la production afin de pouvoir agir d'une manière rapide et efficace en effectuant des corrections susceptibles et de maintenir par la suite une bonne marche de la production.

Ce contrôle est réalisé en effectuant plusieurs analyses sur les différents échantillons provenant des endroits spécifiques dans la ligne de production. Parmi lesquels nous citons :

II.1 Analyse de granulométrie

La vérification de la granulométrie des engrais se fait par quartage et un tamisage.

➤ Quartage

Le quartage sert à diviser l'échantillon pour qu'on puisse obtenir une petite quantité représentative de ce dernier et de faciliter l'analyse.

Mode Opérateur

A l'aide d'un diviseur à riffles on divise l'échantillon des engrais jusqu'à ce qu'on obtient environ le $\frac{1}{4}$ du l'échantillon de masse (m_i) et on commence l'analyse granulométrique.

➤ Tamisage

Le tamisage sert à déterminer la dimension des grains du produit fini (DAP, MAP, NPK et TSP).

Mode Opérateur

On pose la masse (m_i) sur une série de tamis et on secoue à l'aide d'un pilon métallique, puis on pèse la masse contenant dans chaque tamis d'une façon cumulé.

La granulométrie des engrais peut être calculée en appliquant la formule :

$$\% \text{massique} = \frac{m_1}{m_T} * 100$$

Avec : m_1 : la masse contenant dans le 1^{er} tamis. - m_T : la masse totale de l'échantillon.

Remarque : la granulométrie est arrêtée par chacun des tamis suivants :

1^{er} tamis $\geq 4\text{mm}$; 2^{ème} tamis $\geq 3.15\text{mm}$; 3^{ème} tamis $\geq 2.5\text{mm}$; 4^{ème} tamis $\geq 2\text{mm}$; 5^{ème} tamis $\geq 1\text{mm}$

II.2 Analyse de Taux de solide

Le but est de déterminer la quantité de solide (gypse) contenant dans l'échantillon (acide phosphorique).

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

Mode Opérateur

Peser le tube à centrifuger préalablement séché T_0 , introduire dans le tube une masse m_0 de l'acide phosphorique, mettre le tube dans la centrifugeuse à 2500 t/mn pendant 15 min, éliminer le surnageant et Laver le précipité par l'acétone et centrifuger à 2000 tr/min pendant 10 min (répéter l'opération du lavage 3 fois) .Sécher le précipiter à 60 °C et Laisser refroidir, puis peser le tube m_1

Le Taux de solide peut être calculé en appliquant la formule :

$$\% \text{TS} = \left[\frac{M_1 - T_0}{M_0 - T_0} \right] * 100$$

Avec : T_0 : masse du tube à essai vide ; M_0 : masse du liquide + tube à essai ; M_1 : masse du solide + tube à essai

II.3 Analyse du rapport molaire

A pour but de déterminer le nombre de moles d'ammoniac par rapport au nombre de moles d'acide phosphorique par dosage volumétrique, il est applicable aux engrais minéraux (MAP, DAP et NPK).

Mode Opérateur

Mettre 2 à 3 gouttes de l'échantillon à analyser dans un erlenmeyer et ajouter de l'eau distillée. Ajouter quelques gouttes de phénolphthaléine, puis doser le mélange par la soude NaOH (0.5 N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose (noter la tombée de burette, Vb). Ajouter à nouveau quelques gouttes de Méthylorange et doser par acide chlorhydrique HCl (0.5 N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rouge brique. (noter la tombée de burette, Va)

Le rapport molaire peut être calculé en appliquant la formule :

$$RM = 2 - \frac{Vb}{Va}$$

Avec : Vb = tombée de burette de NaOH Va = tombée de burette de HCl

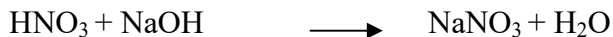
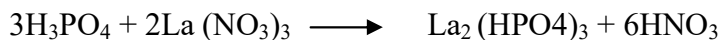
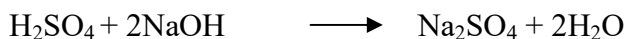
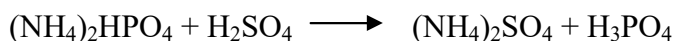
II.4 Analyse du %P₂O₅

L'objectif de cette analyse est de déterminer le pourcentage de P₂O₅ contenant dans l'engrais.

Mode Opératoire

Peser une masse d'environ 1g et noter la prise d'essai : (P.E), mettre la PE dans un bêcher de 250ml et ajouter 30ml d'H₂SO₄ (50g/l), mettre le bêcher sur une plaque chauffante jusqu'à le début d'ébullition. Laisser refroidir, ensuite transvaser dans une fiole de 500ml et jauger la fiole à 500 ml, pipeter 25 ml dans un bêcher de 250ml, puis ajouter trois gouttes de vert de Bromocrisol et neutraliser l'excès d'acide sulfurique par NaOH 0,5 N jusqu'à une teinte vert pomme, puis ajouter 30 ml de La(NO₃)₃ (50g/l) au bêcher plus trois gouttes de TASHIRO et titrer par NaOH (0,1 N) jusqu'à un virage bleu ciel et noter la tombée de burette. (Tb)

Les réactions mise en jeu durant l'analyse de la densité des échantillons sont :



On a :

$$n(NaOH) = n(HNO_3)$$

$$\frac{n(HNO_3)}{6} = \frac{n(H_3PO_4)}{3}$$

$$n(H_3PO_4) = \frac{n(HNO_3)}{2} = 0.0001 * \frac{Tb}{2}$$

$$\implies m(H_3PO_4) = 0.0001 * Tb * \frac{142}{2}$$

On a :

$$m(H_3PO_4) \rightarrow 25 \text{ cm}^3$$

$$mt \rightarrow 500\text{cm}^3$$

$$\text{Donc: } mt = 500 * 0,0001 * Tb * \frac{142}{25 * 2}$$

$$\text{On a: } mt \rightarrow PE$$

$$\%P_2O_5 \rightarrow 100$$

$$\text{Donc: } \%P_2O_5 = 500 * 0,0001 * 100 * \frac{Tb * 142}{25 * 2 * PE}$$

Le pourcentage en P_2O_5 peut être calculé en appliquant la formule:

$$\%P_2O_5 = 7.1 * \frac{Tb}{P.E}$$

Avec Tb : tombée de burette (volume de NaOH versé) PE : prise d'essai.

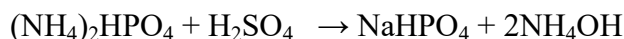
II.5 Analyse d'Azote N2

L'objectif de cette analyse est de déterminer le pourcentage de l'azote dans le produit fini (engrais).

Mode Opératoire

Peser une masse d'environ 0.7g du produit fini et noter la prise d'essai :(P.E), puis mettre la PE dans un matras de l'appareil de distillation , rincer les parois du matras avec l'eau distillée, démarrer l'appareil de distillation , pipeter 50 ml d'acide sulfurique (50g/l) dans un erlenmeyer et ajouter trois gouttes d'indicateur coloré TASHIRO à l'erlenmeyer. A la fin de distillation, titrer l'excès d' H_2SO_4 par (NaOH, 0,1 N) et noter la tombée de burette Tb.

La réaction mise en jeu Durant l'analyse d'azote est:



$$\text{Alors: } n(H_2SO_4) = n(NH_3) + n(NaOH)$$

$$\begin{aligned} \Rightarrow n(NH_3) &= n(H_2SO_4) - n(NaOH) \\ &= 50 * 0,2 * 0,001 - 0,1 * Tb * 0,001 \\ &= (50 - \frac{Tb}{2}) * 0,2 * 0,001 \end{aligned}$$

$$\text{On a: } 2(NH_3) \rightarrow N_2 + 3H_2$$

$$\text{Càd: } n(N_2) = \frac{nH_3}{2}$$

$$m(N_2) = \frac{(50 - \frac{Tb}{2}) * 0,2 * 0,001}{2}$$

$$\text{On a: } m(N_2) \rightarrow PE$$

$$\%N_2 \rightarrow 100$$

$$\%N_2 = \frac{(50 - \frac{Tb}{2}) * 2800 * 0,0001}{PE}$$

Le pourcentage en azote peut être calculé en appliquant la formule suivante:

$$\%N_2 = \frac{\left(50 - \frac{Tb}{2}\right) * 0,28}{PE}$$

Avec : Tb : tombée de burette (volume de NaOH versé). PE : prise d'essai.

II.6 Analyse de K₂O par volumétrie

L'objectif de cette analyse est de déterminer la teneur en potassium dans les engrais.

Le principe de cette analyse est basé sur la précipitation des chlorures liés au potassium par un excès de la solution titrée de nitrate d'argent et le dosage de l'excès d'AgNO₃ par une solution de thiocyanate d'ammonium NH₄SCN de titre connu en présence d'alun ferrique comme indicateur coloré.

Mode Opératoire

Peser une masse d'environ 1,5 g de l'échantillon broyé et noter la prise d'essai (P.E), puis mettre la PE dans une fiole de 500ml, ajouter environ 200ml d'eau distillée, agiter pendant 30min, jauger la fiole jusqu'à 500ml, pipeter 50ml de la solution filtrée et le mettre dans un erlenmeyer de 250ml, ajouter 10cm³ de l'alun ferrique et 10cm³ d'AgNO₃ (0.1N). À la fin titrer la solution par NH₄SCN (0.1N) jusqu'au virage du blanc au rouge brique.

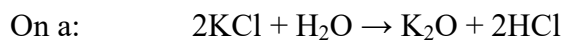
Les reactions mise en jeu durant l'analyse sont:



On a
$$n_T = n(KCl) + n(NH_4SCN)$$

$$\Rightarrow n(KCl) = n_T - n(NH_4SCN)$$

$$n(KCl) = 10 * 0,1 * 0.001 - Tb * 0,1 * 0.001$$



$$\Rightarrow \frac{n(KCl)}{2} = n(K_2O)$$

$$m(K_2O) = \frac{0,1 * 0.001 * (10 - Tb)}{2} * M(K_2O)$$

On a:
$$m(K_2O) \rightarrow 50 \text{ ml}$$

$$mt \rightarrow 500 \text{ ml}$$

Avec 50ml le volume de prélèvement et 500ml le volume de la fiole

$$\Rightarrow mt = \frac{(10 - Tb) * 0,1 * 0,001 * 500 * 94,5}{2 * 50}$$

On a: $mt \rightarrow PE$

$\%K_2O \rightarrow 100g$

Alors : $\%K_2O = \frac{mt * 100}{PE}$

$$\Rightarrow \%K_2O = \frac{(10 - Tb) * 0,1 * 0,001 * 500 * 94,5}{2 * 50} * \frac{95}{100} * \frac{100}{PE}$$

Avec 0,95 = Facteur de correction (lié à la pureté de KCl)

Le pourcentage en K_2O peut être calculé en appliquant la formule suivante:

$$\%K_2O = \frac{(10 - Tb)}{PE} * 4.475$$

Avec : Tb : tombée de burette PE : prise d'essai

II.7 Analyse de densité

L'objectif de cette analyse est de déterminer la densité des produits finis à l'aide d'un densimètre.

Mode Opérateur

Dans une éprouvette, on met l'échantillon et on calcule la densité à l'aide du densimètre.

Conclusion

Le laboratoire local du service production engrais assure le contrôle de la qualité du produit et le bon déroulement des étapes du processus engrais. Pour cela il effectue plusieurs activités supervisées par un ingénieur d'état et un contremaître dont ses activités les analyses de densité, $\%P_2O_5$, le rapport molaire ...

Parmi les analyses effectuées au sein du laboratoire nous trouvons l'analyse granulométrique du produit fini (NPK) qui a connu une variation qui influence négativement sur la qualité du produit fini soit par l'apparition des fins ou des gros, cela est du aux paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique utilisé lors de la production.

Chapitre 3

Etude critique sur l'influence des paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique H_3PO_4 (54%) sur la granulométrie des engrais NPK

Introduction

La maîtrise de la qualité de production des engrais et le maintien du potentiel de production exige une maîtrise parfaite du procédé de fabrication ceci implique principalement la maîtrise de la qualité de la matière première. La matière première principale utilisée dans la fabrication des engrais est l'ammoniac et l'acide phosphorique (AP). Si l'ammoniac présente une qualité stable, l'AP venant du procédé humide qui se base sur l'attaque du phosphate naturel par l'acide sulfurique, est d'une qualité complètement variante. L'origine de cette variation est le phosphate naturel qui présente des variations de composition permanente. La variation de la qualité de l'AP alimentant les lignes ne peut qu'avoir des effets sur la marche de la fabrication des engrais et sur la qualité des produits finis.

Dans cette partie de recherche nous avons étudié la variation des paramètres de l'acide phosphorique H_3PO_4 (54%) et celle de l'engrais NPK tout en expliquant l'influence de ces paramètres sur la qualité des engrais NPK : la granulométrie.

I. Caractéristiques physicochimiques des engrais NPK

Les NPK sont des engrais ternaires complexes granulés à base d'azote (N), de phosphore (P), de potassium (K), dont ces lettres sont généralement suivies de chiffre, représentant la proportion respective de ces éléments. Le phosphore est exprimé sous la forme P_2O_5 mais est apporté sous forme de phosphate de calcium ou d'ammonium. Le potassium est exprimé sous la forme K_2O , mais est apporté par du chlorure, du nitrate et du sulfate de potassium.

Les paramètres physicochimiques des engrais NPK :

Spécifications Physicochimiques des engrais NPK	
Azote total (N)	15%
Anhydride phosphorique P_2O_5	15%
Oxyde de potassium K_2O	15%
Solubilité	277g/l
Humidité	1,0 max
Granulométrie [1-4] mm	$\geq 90,0\%$
Spécifications physicochimiques admissibles de l'AP (54%)	
Taux de solide (%)	$4 \leq TS \leq 6$
Densité	$1645 \leq \text{Densité} \leq 1680$
Teneur en P_2O_5 (%)	$48 \leq P_2O_5 (\%) \leq 50$

Tableau 3: Spécifications physicochimiques de L'AP (54%) et des engrais NPK

II. Etude critique de l'influence des paramètres physicochimiques de L'AP (54%) sur la qualité des engrais NPK

Afin d'étudier l'influence des paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique H_3PO_4 (54%) sur la granulométrie des engrais NPK, nous devons tout d'abord définir les différents paramètres soit éléments de trace ou autres, parmi lesquels nous citons :

II.1 Les éléments de trace

En effet l'élément important dans l'acide phosphorique P_2O_5 , plus un nombre variable d'impuretés contribuent positivement et/ou négativement sont suivant :

- **L'anhydride phosphorique P_2O_5**

C'est l'élément fondamental dans l'acide, présent avec un pourcentage entre 54% et 29%. Un manque de P_2O_5 provoque l'augmentation de la teneur des autres impuretés ainsi que leur effet négative sur NPK.

- **L'oxyde de calcium CaO**

Une augmentation élevée de CaO influe négativement sur l'humidité du produit NPK.

- **Le Fluor F**

Le fluore contribue à l'amélioration de la cristallisation du gypse qui aboutit une augmentation de taux solide qui influence sur la granulométrie des engrais.

- **Fe_2O_3**

Le fer a un effet important sur la viscosité de la bouillie qui affecte à son tour le colmatage des grains.

- **Taux de solide**

C'est la teneur totale en matières solides ; désigne toutes les matières solides présentes dans l'acide phosphorique y compris le gypse et les impuretés.

Pratiquement plus le taux solide est élevé, plus la viscosité est importante.

Donc le TS élevé entraîne un problème de colmatage des grains donc une mauvaise granulométrie.

- **Densité**

Plus l'acide est dense plus il contient des impuretés donc il provoque une mauvaise granulométrie

Plus il est moins dense plus il donne formation à des fins et des poussières.

II.2 Autres Facteurs

- *Au niveau du Granulateur*

On peut trouver plusieurs facteurs qui influencent sur la qualité des engrais surtout la granulométrie du produit fini, comme :

- ✓ Débit de NH₃ liquide (4t/h)
- ✓ Débit de la bouillie entrante au Granulateur (78t/h)
- ✓ Débit de recyclage (500t/h)
- ✓ Température à la sortie du Granulateur (78°C-80°C)

- *Au niveau de la classification*

Les facteurs susceptibles d'influer sur les résultats du tamisage et sur la qualité des NPK sont reliés :

- **Aux tamis** : forme et régularité des ouvertures, rugosité et épaisseur des fils, surface ouverte, planéité de la taille et mise à la masse.
- **Aux produits** : humidité, température, formes des particules, électrostatique, quantité, fiabilité et cohésion de la poudre.
- **Aux trajectoires**, vitesse, amplitude et durée.

III. Résultats expérimentaux

Pour étudier l'influence des paramètres physicochimiques de L'acide phosphorique (54%), nous avons exploités les résultats des analyses de taux de solide, densité et %P₂O₅ de l'acide phosphorique 54% et celle des engrais NPK pendant seize jours du mois Janvier de l'année courante. les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Date	Ref	[1-4] mm	TS%	P2O5%AP 54%	P2O5% NPK	Densité g/L
01-janv	54% M U116B	85,3	2,23	48,6	26	1632
02-janv	54% M U116B	86	2,5	48,2	25,7	1634
03-janv	54% M U116B	87	3,7	47,8	25	1634
04-janv	54% M U116B	90	4,15	47,2	24,5	1642
05-janv	54% M U116B	93,5	5,25	46,1	23,45	1660
07-janv	54% M U116B	89	4,2	46	23,3	1649
06-janv	54% M U116B	90	4,5	46	23	1650
08-janv	54% M U116B	86	3,2	46,8	24	1638
09-janv	54% M U116B	85	2,4	48	25,3	1635
10-janv	54% M U116B	86	2,7	47,6	25	1637
11-janv	54% M U116B	88	3,8	47,4	24,6	1656
12-janv	54% M U116B	91	4,2	46,3	23,5	1645
13-janv	54% M U116B	87	3,3	47	24,7	1641
15-janv	54% M U116B	86	2,1	47,6	25	1640
16-janv	54% M U116B	86	2,1	46,6	24	1640

Tableau 4: Résultats des analyses de l'AP (54%) et des engrais NPK

III.1 Influence du taux de solide (%TS) sur la granulométrie des engrais NPK

Le taux de solide est la cause des fine granulations à des teneurs faibles et contribue à la formation des sur granulés à des teneurs élevées, vue le caractère collant du principal composé constituant le solide des acides CaSO_4 , H_2O .

La figure 10 montre l'impact du taux de solide sur la granulométrie [1-4] mm :

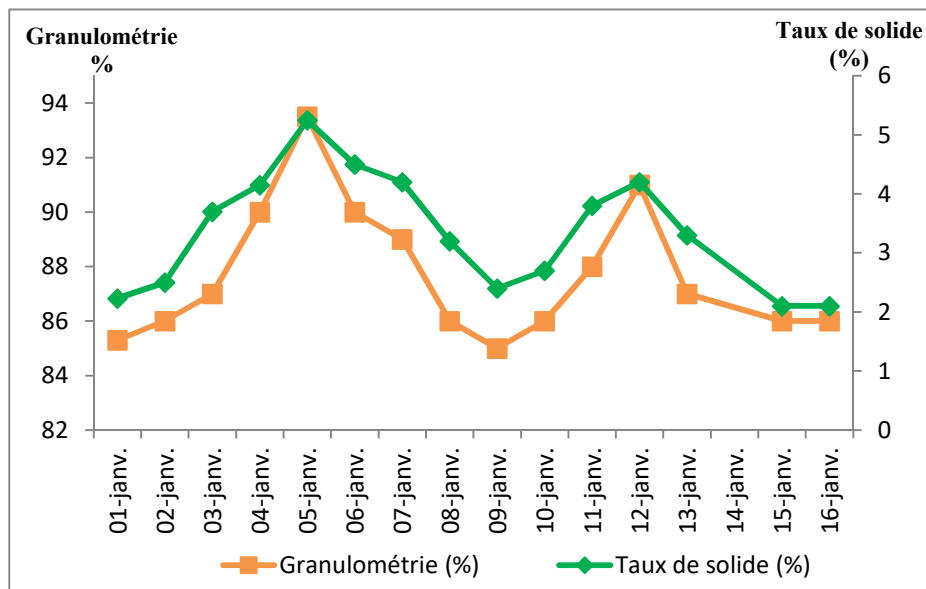


Figure 10: Variation du taux de solide en fonction de la granulométrie (%)
[1-4] mmDe NPK

La figure 10 présente la variation de taux solide en fonction de la granulométrie, il s'avère clair et bien que la granulométrie augmente au fur et à mesure de l'augmentation de taux de solide et diminue avec la diminution de cette dernière.

Un taux de solide faible conduit à la formation d'une importante quantité de poussière, par contre un taux de solide important conduit à l'augmentation de l'humidité des engrais et à la formation des granulés et des grains durs dont leur épaisseurs dépasse 4 mm.

III.2 Influence du taux de solide (%TS) sur % P_2O_5 des engrais NPK

Le contrôle de l'acide phosphorique à montrer l'influence de taux de solide sur la qualité des engrais NPK notamment le pourcentage de P_2O_5 dans ces derniers

La figure11 représente la variation de chacun de taux de solide (%) de l'acide phosphorique et de % P_2O_5 de NPK :

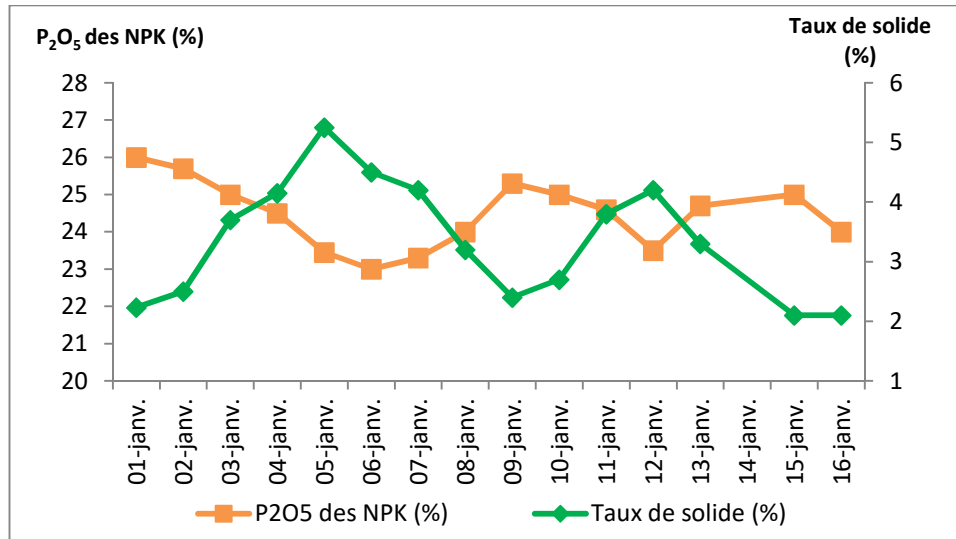


Figure 11: Variation du taux de solide en fonction de %P₂O₅ des NPK

D'après la figure 11, nous remarquons que le taux solide est inversement proportionnel au pourcentage en P₂O₅, en effet l'augmentation de P₂O₅ dans l'engrais correspond à la diminution de taux solide de l'acide phosphorique 54%.

Le P₂O₅ est un élément important dans l'acide phosphorique ,sa chute conduit à une augmentation des éléments de traces (%TS) qui génère les grains durs , contenant moins de pores, ce qui limite le transfert de l'eau de l'intérieur du grain, et influe négativement sur la qualité des engrais NPK.

III.3 Influence de la densité de l'acide phosphorique (54%) sur la granulométrie des engrais NPK

La figure12 présente la variation de la densité de l'acide phosphorique en fonction de la granulométrie des NPK. La densité de l'acide phosphorique (54%) augmente avec l'augmentation de la granulométrie des NPK.

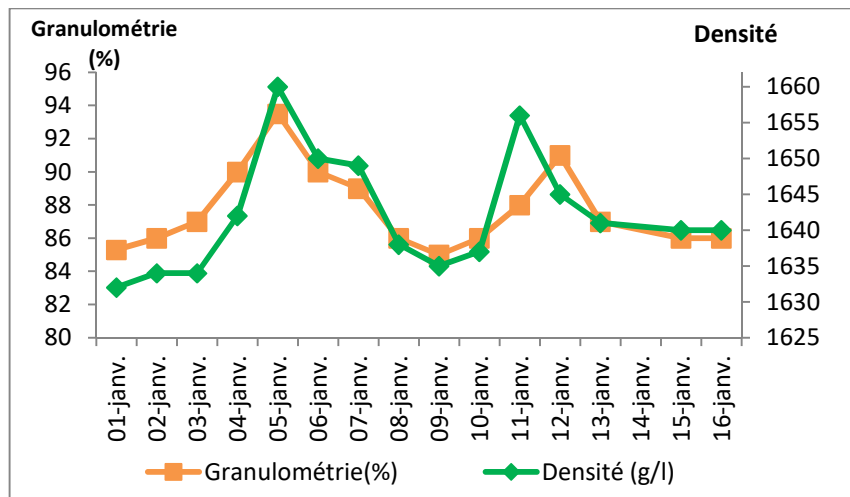


Figure 12: Variation de la densité de l'acide phosphorique en fonction de la granulométrie(%) [1-4] mm de NPK

La densité de l'acide est un facteur influant sur l'humidité de la bouillie entrante dans le granulateur, la qualité de l'acide phosphorique influe aussi sur la consommation de l'ammoniac notamment, lorsque ce dernier présente une densité élevée qui oblige à consommer plus d'ammoniac donc la formation des grains de taille élevée qui entraine à des pertes en P_2O_5 et en Ammoniac.

III.4 Influence de la densité d l'acide phosphorique 54% sur % P_2O_5 des engrais NPK

La figure 13 présente la variation de la densité de l'acide phosphorique en fonction du % P_2O_5 des NPK nous observons que lorsque la densité de l'acide phosphorique augmente, le % P_2O_5 diminue.

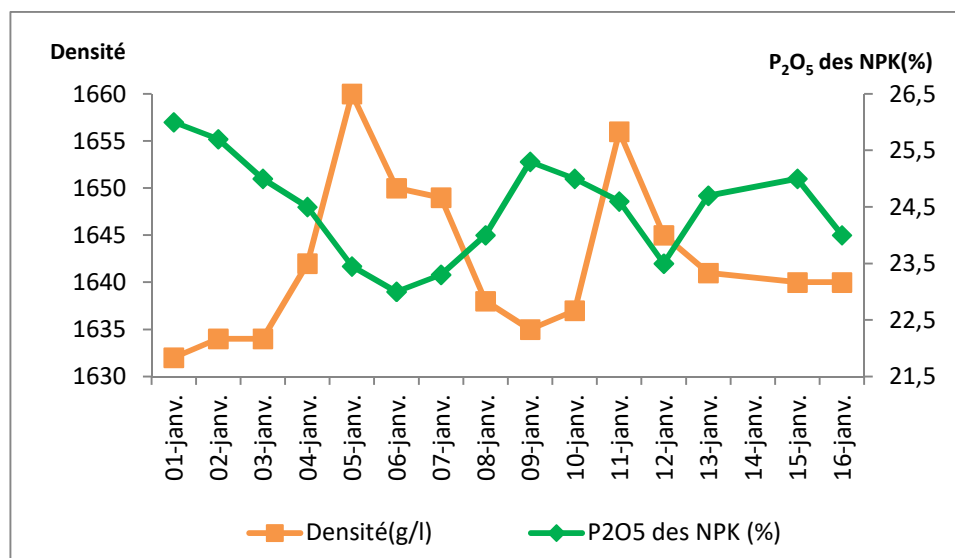
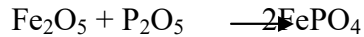


Figure 13: Variation de la densité de l'acide phosphorique en fonction de % P_2O_5 des NPK

Plus l'acide est dense, plus le taux de solide est élevé. Ce qui montre que l'acide contient plus des impuretés et par conséquent le P_2O_5 de l'acide phosphorique réagit avec ces impuretés pour donner des autres produits qui diminuent le pourcentage de P_2O_5 dans les engrais NPK.

Par exemple la réaction entre le P_2O_5 et le $FePO_4$:



III.5 Influence de P_2O_5 de l'acide phosphorique 54% sur % P_2O_5 des engrais NPK

La figure 14 représente la variation de % P_2O_5 des engrais NPK en fonction de % P_2O_5 dans l'acide phosphorique. Il apparait que le pourcentage en % P_2O_5 de l'acide phosphorique est proportionnel à celui des engrais NPK.

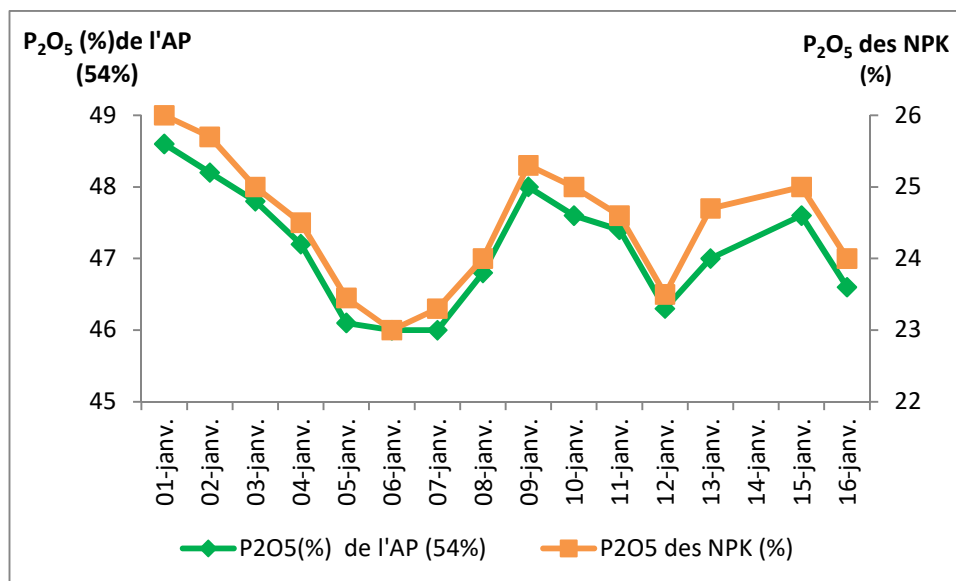


Figure 14: Variation de % P_2O_5 de l'acide phosphorique en fonction de % P_2O_5 des NPK

Plus la quantité en % P_2O_5 est importante dans l'acide phosphorique plus elle est importante dans l'engrais.

D'après le travail ainsi réalisé sur l'étude de l'influence des paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique sur la granulométrie des engrais de type NPK, nous avons conclu que le taux de solide, la densité et le pourcentage de(%) P_2O_5 sont parmi les facteurs influençant d'une manière significative sur la granulométrie des NPK d'où la qualité des produits finis.

Pour la maîtrise de la qualité des engrais NPK, il est nécessaire de corriger les teneurs en éléments de l'acide phosphorique au niveau de la ligne de production parmi ces éléments nous citons : TS, % P_2O_5 et la densité. L'objectif de la correction est d'envoyer aux lignes de production des engrais, un acide avec les caractéristiques suivantes :

- Pour le P_2O_5 : $48 < \%P_2O_5 < 50$
- Pour le TS : $4 < TS < 6$

▪ **Pour la densité :** $1645 < \text{Densité} < 1680$

Le principe de la correction est basé sur l'ajout d'additifs et de produits chimiques dans l'AP destiné à la fabrication des engrais. Pour corriger un élément de l'acide nous devons prendre en considération sa teneur dans l'acide, car la correction est réalisée selon la teneur de l'élément à corriger dans l'acide.

Cependant certains éléments qui ont un effet significatif sur le procédé de fabrication des engrais et sur la qualité du produit fini peuvent être maîtrisés, Ces éléments sont : TS, P_2O_5 et la densité.

La correction de la teneur du P_2O_5 de l'acide phosphorique se fait par l'ajout de l'acide phosphorique clair qui représente une teneur élevée en P_2O_5 et une teneur faible en impuretés.

Le TS peut être corrigé par l'ajout de la bouillie lorsqu'il est inférieur à la teneur déterminée pour le profil d'acide phosphorique adéquat, et corrigé par l'acide phosphorique claire pour des teneurs élevées car ce dernier contient un TS élevé.

Conclusion

Les paramètres de marche ou les éléments de trace sont des paramètres liés entre eux que leur variation influencent sur la qualité de l'engrais NPK notamment sa granulométrie. D'après cette étude nous pouvons déduire que la variation de la granulométrie de NPK est proportionnelle à la variation de la densité, et de taux de solide de l'acide phosphorique H_3PO_4 (54%). Par ailleurs la présence des quantités importantes de P_2O_5 dans l'engrais NPK dû à la présence des quantités aussi importantes en P_2O_5 dans l'acide phosphorique (54%).

Conclusion Générale

De tout temps, la culture fait appel aux engrais comme source d'éléments nutritifs du sol pour améliorer la production aussi bien quantitativement que qualitativement. L'OCP étant le premier exportateur mondiale de l'acide phosphorique a toujours une vision de satisfaire ses clients en matière de l'acide phosphorique et en engrais. Environ la moitié de la production du complexe Maroc Phosphore III & IV est concentrée puis exportée comme produit semi-fini (acide phosphorique marchand), tandis que l'autre moitié est transformée localement en engrais solide.

Pour satisfaire ces clients le Groupe OCP assure le contrôle de qualité des engrais au niveau du laboratoire local et la mise en place des méthodes d'analyses d'acide phosphorique et du produit fini.

Dans ce cadre vient le présent travail, qui a pour objectif d'optimiser la qualité de engrais NPK notamment sa granulométrie qui doit être comprise entre [1-4] mm pour être exportés et livrés.

Pour effectuer cette étude, nous sommes basés sur plusieurs outils, parmi lesquels le suivi des analyses des paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique (54%) comme la densité, le taux de solide, le $\%P_2O_5$ ainsi que le suivi d'analyse granulométrique des engrais NPK afin de déterminer le degré d'influence de ces paramètres sur la qualité du produit fini notamment sa granulométrie.

Les travaux de recherches ainsi réalisés sur l'influence des paramètres physicochimiques de l'acide phosphorique (54%) sur la granulométrie des engrais NPK, nous ont permis de conclure que parmi les éléments de l'acide phosphorique qui ont une influence significative sur la qualité des engrais sont : le taux de solide, la densité et le $\%P_2O_5$,

En effet plus le taux de solide est élevé plus contient des éléments de traces qui subissent à la formation des grains de taille élevée, par contre une quantité de taux de solide convenable peut donner un produit bien déterminé. La densité de l'acide est un facteur influant sur l'humidité de la bouillie entrante dans le granulateur, lorsque ce dernier présente une densité élevée qui oblige à consommer plus d'ammoniac donc la formation des gros qui entraîne à des pertes en P_2O_5 et en Ammoniac

L'alimentation des lignes par l'acide phosphorique (54%), nécessite, l'action de la correction des teneurs, par l'acide clair pour le P_2O_5 , le TS et puis pour la densité pour arriver aux teneurs adéquats et installer des nouveaux bacs d'acide phosphorique dans lesquels nous pouvons diminuer les teneurs des impuretés indésirables. La maîtrise de la qualité exige la correction des teneurs de l'acide avant leur utilisation dans le procédé de fabrication.

Références bibliographiques

- OUMAIMA SAMRAOUI, validation de la méthode de détermination du taux d'humidité dans les engrais, Rapport de projet de fin d'étude (LST, 2017), FST de Fès.
- KASMI RANIA, Validation de la méthode de dosage de K₂O par gravimétrie et volumétrie dans les engrais selon la norme NF T90-210, Rapport de projet de fin d'étude (MST, 2017), FST de Fès.
- RECUEIL DES METHODES INTERNATIONALES D'ANALYSES – OIV Guide de validation – Contrôle qualité.
- Procédure : validation des méthodes d'analyses au laboratoire central Jorf Lasfar.
- FATTOUKH ABDESLAM, Profil de l'acide phosphorique pour la fabrication des engrais de type MAP, Rapport de projet de fin d'étude (LST, 2017), FST de Fès.
- EL ALAOUI HICHAM, L'effet du dopage du phosphate par l'aluminium et la silice sur les performances de fabrication d'acide phosphorique par voie humide, Rapport de projet de fin d'étude (MST, 2015), FST de Fès.
- JIHANE ASSAOUI, Validation d'une méthode de granulométrie Laser, Rapport de projet de fin d'étude (LST, 2012), FST de Fès.