

*Master Génie des matériaux et des procédés*

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

Pour l'obtention du diplôme de master sciences et techniques

Etude critique du système de refroidissement et son influence sur le problème de la prise en masse  
des engrais Mono-ammonium de phosphate (MAP)

**Réalisé par :**

ZAITOUNI Ahmed

**Encadré par :**

Pr. MISBAHI Khalid (FST)

Mr. EL KHOMSSI Soufiane (OCP)

Soutenu Le 21 Juin 2019 devant le jury composé de :

- Pr. MISBAHI Khalid
- Pr. SQALLI Ouafae
- Pr. ZEROUAL Abdelaziz

*Stage effectué à OCP JORF LASFAR EL JADIDA dans l'entité de production des engrais  
JFC V*



*Année Universitaire 2018 / 2019*

**Faculté des Sciences et Techniques Fès**

B.P. 2202, Route d'Imouzzer FES

☎ 212 (35) 60 80 14 – 212 (35) 60 96 35 📠 212 (35) 60 82 14

[www.fst-usmba.ac.ma](http://www.fst-usmba.ac.ma)

*Master Sciences et techniques : Génie des matériaux et des procédés*

**Nom et prénom : ZAITOUNI Ahmed**

**Titre :** Etude critique du système de refroidissement et son influence sur le problème de la prise en masse des engrais Mono-ammonium de phosphate (MAP)

### Résumé

Dans le cadre de la politique de garder son rang de leader sur le marché du phosphate, le groupe OCP s'engage dans l'amélioration continue des procédés et des performances de production des engrais.

Dans ce sens, nous avons été missionnées à réaliser une étude sur l'amélioration de la qualité des engrais MAP de l'entité JFC 5, pour éviter le problème de prise en masse des engrais au stockage par des analyses effectuées sur le produit fini et l'application de plusieurs techniques de résolution des problèmes. Ainsi, l'indisponibilité du refroidisseur, se trouve être lié directement à la problématique de la prise en masse des engrais MAP. Nous avons étudié les causes racines de cette indisponibilité de refroidisseur et proposés des actions correctives.

Finalement, nous avons fait un plan d'action contenant plusieurs taches d'amélioration pour résoudre ces problèmes, et éviter ainsi la prise en masse des engrais MAP.

### Abstract

As part of its policy to maintain its position as a leader in the phosphate market, the OCP Group is committed to continuously improving the processes and production performance of fertilizers.

In this why, we have been commissioned to carry out a study on the improvement of the quality of MAP fertilizers of the JFC 5 entity, and find a solution to avoid the problem of mass taking of fertilizers in storage: realize analysis on the finished product and achieve several techniques to overcome these problems. Thus, unavailability of cooler, is directly related to the problem of mass taking in MAP fertilizer by an AMDEC study.

We then studied the root causes of this chiller unavailability and proposed corrective actions.

Finally, an action plan containing several tasks of possible solutions was carried out to avoid the mass taking problem.

*Année Universitaire 2018 / 2019*



**Faculté des Sciences et Techniques Fès**

B.P. 2202, Route d'Imouzzer FES

☎ 212 (35) 60 80 14 – 212 (35) 60 96 35 📠 212 (35) 60 82 14

[www.fst-usmba.ac.ma](http://www.fst-usmba.ac.ma)

## **Remerciements**

*Je tiens à remercier mon encadrant, **Mr. ELKHOMSSI Soufiane**, ingénieur à l'OCP de m'avoir accordé l'opportunité d'effectuer mon projet de fin d'étude sous sa direction. Je lui suis reconnaissant pour son implication, sa disponibilité, son encadrement et la confiance qu'il m'a accordée tout au long de ce travail.*

*Je tiens à exprimer, ensuite, ma respectueuse reconnaissance à **Mr. NEDJAR Mohamed**, pour avoir facilité mon séjour au sein de l'atelier engrais et pour m'avoir consacré une attention particulière.*

*Je voudrais renouveler, ici, ma reconnaissance la plus sincère à tout le personnel de l'atelier engrais de JFC V, grâce à qui ce stage s'est déroulé dans de bonnes conditions. Merci à tous les intervenants de l'atelier engrais avec lesquels j'ai travaillé, en particulier : **Mr. SAIDI Hassan** et **Mr. Said Belhaj**.*

*Je tiens enfin à souligner l'implication et le soutien de **Mr. Othman El Massoudi** qui a été présent à chacune de mes nombreuses sollicitations.*

*Ma gratitude s'adresse à **Mr. khalid MISBAHI**, professeur à la Faculté des sciences et technique Fès, pour son encadrement pédagogique très consistant ainsi que pour l'intérêt avec lequel il a suivi la progression de mon travail et pour ses conseils efficaces qui m'ont été d'une grande utilité.*

*Mes vifs remerciements s'adressent aussi aux membres de jury ; **Pr. Ouafae SQALLI** et **Pr. Abdelaziz ZEROUAL** qui m'ont honoré, pour avoir accepté de juger ce modeste travail.*

*Mes remerciements s'adressent également à tout le corps administratif et professoral de la FST, particulièrement les enseignants du département de Chimie.*

## *Dédicace*

*A mes « chers parents », pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études.*

*A « toute ma famille » pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire.*

*A ceux qui ne cessent de m'encourager tout le temps ; nos professeurs*

*Un grand merci à tous ceux qui, de près ou de loin, m'ont apporté un soutien moral ou matériel et qui n'ont ménagé aucun effort pour l'élaboration de ce travail.*

*Merci à tous*

## Table de matières

Introduction générale.....	1
<b>Première Partie : Description de l'organisme d'accueil et généralité sur les engrais .....</b>	<b>2</b>
I. Présentation de groupe OCP.....	3
<i>i.</i> Introduction .....	3
<i>ii.</i> Historique .....	3
<i>iii.</i> Statut juridique de l'entreprise .....	4
II. Le site de Jorf Lasfar .....	5
<i>i.</i> Jorf Fertilizer Company V (JFC V).....	5
III. Généralité sur l'engrais.....	8
<i>i.</i> Définition.....	8
<i>ii.</i> Éléments nutritifs .....	8
a. Éléments fertilisants majeurs.....	8
b. Oligo-éléments .....	8
c. Éléments nutritifs secondaires.....	8
<i>iii.</i> Formes des engrais .....	9
<i>iv.</i> Types des engrais granulés :.....	9
<i>v.</i> Avantages d'utilisation des engrais.....	9
<b>Deuxième partie : description générale du procédé de fabrication des engrais MAP .....</b>	<b>10</b>
Introduction .....	11
I. Les étapes de fabrication des engrais MAP.....	11
<i>i.</i> Réactions .....	11
a. Réactions chimiques dans le réacteur .....	11
<i>ii.</i> Granulation.....	12
<i>iii.</i> Séchage.....	13
<i>iv.</i> Criblage et broyage .....	14
<i>v.</i> Conditionnement : Refroidissement et enrobage.....	15
<i>vi.</i> Section de lavage des gaz.....	16
<b>Troisième partie : Etude bibliographique sur le système de refroidissement et le phénomène de fluidisation.....</b>	<b>18</b>
Introduction .....	19
I. Description de la section de refroidissement.....	19
II. Phénomène de fluidisation .....	21
<i>i.</i> Introduction .....	21
<i>ii.</i> Définition de la fluidisation.....	21
<i>iii.</i> Principe de la fluidisation.....	22
<i>iv.</i> Régimes de fluidisation .....	23

v.	Perte de charge .....	24
vi.	Méthode de détermination des vitesses minimales de fluidisation.....	25
	<b>Quatrième Partie : Partie expérimentale ; étude de la conformité des engrais MAP par l'application de la méthode MSP (Maitrise statistiques des procédés).....</b>	<b>26</b>
	Introduction .....	27
I.	Les analyses effectuées au sien du laboratoire local .....	27
i.	Analyses physiques .....	27
a.	Granulométrie.....	27
b.	Taux de l'humidité %H <sub>2</sub> O .....	28
c.	Température.....	29
ii.	Analyses chimiques.....	29
a.	Analyse du taux %P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> par la méthode volumétrique .....	<b>29</b>
b.	Analyse du taux d'azote par la méthode de kjeldahl.....	<b>30</b>
II.	Maitrise Statistique des Procédés MSP .....	31
i.	Pourquoi la MSP en fabrication .....	31
ii.	Cartes de contrôle.....	32
III.	Résultats et interprétation.....	32
i.	Résultats de la granulométrie du MAP.....	33
ii.	Résultats de taux P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .....	34
iii.	Résultats de taux d'azote.....	36
iv.	Résultats de taux d'humidité %H <sub>2</sub> O.....	37
v.	Résultats de la température.....	39
	Conclusion.....	40
IV.	Mise en contexte de l'étude : La problématique de la prise en masse.....	40
i.	Problème de la prise en masse.....	40
a.	Identification du problème .....	40
b.	Diagramme d'Ishikawa .....	41
c.	Analyse des causes racines (RCA).....	42
c.1.	Problème de l'indisponibilité de refroidisseur.....	42
i.	Identification du problème .....	42
ii.	Diagramme d'Ishikawa .....	43
iii.	Théorie AMDEC ( <i>Analyse des modes de défaillance, de leurs effets et leurs criticités</i> ).....	43
a.	Terminologie .....	<b>43</b>
b.	Barème de cotation des indices F, G et ND :.....	<b>45</b>
iv.	Applications de la méthode AMDEC sur les équipements critiques.....	46
c.2.	Application de la RCA pour les éléments critiques des équipements du refroidisseur .....	47
i.	Analyse RCA du bouchage Grille de lit fluidisé .....	48
ii.	Analyse RCA sur la régulation des volets.....	48

<i>iii.</i> Analyse RCA du l'indisponibilité du circuit EG.....	50
<i>i.</i> Plan d'action.....	50
c.3. Solutions pour limiter la tendance à la prise en masse .....	51
Conclusion générale .....	52
Annexes1 .....	
Annexes2.....	
Bibliographie.....	

## Liste des figures et tableaux

Figure 1 : Les principaux sites d'implantation du groupe OCP.....	3
Figure 2 : Les principales entités dans le site Jorf Lasfar.....	5
Figure 3 : Organigramme JFC V.....	6
Figure 4 : granulateur.....	13
Figure 5 : Schéma d'étape de séchage.....	14
Figure 6 : Schéma d'étape de classification.....	15
Figure 7 : Schéma d'étape d'enrobage.....	16
Figure 8 : Schéma descriptif de la fabrication des engrais MAP.....	17
Figure 9 : Schéma détaillés du système de refroidissement.....	20
Figure 10 : Etapes de fluidisation.....	22
Figure 11 : Régimes de fluidisation et évaluation de perte de charge.....	23
Figure 12 : Mesure de la perte de charge.....	24
Figure 13 : méthode de détermination de $U_{mf}$ .....	25
Figure 14 : Variation de la granulométrie .....	33
Figure 15 : Carte contrôle de la granulométrie.....	34
Figure 16 : Variation de taux $P_2O_5$ .....	35
Figure 17 : Carte contrôle de taux $P_2O_5$ .....	35
Figure 18 : Variation de taux d'azote.....	36
Figure 19 : Carte contrôle de taux d'azote.....	37
Figure 20 : Variation de taux d'humidité.....	38
Figure 21 : Carte contrôle de taux d'humidité.....	38
Figure 22 : Variation de la température.....	39
Figure 23 : Variation de la température .....	39
Figure 24 : Diagramme cause-effet sur la prise en masse (Ischikawa).....	41
Figure 25 : Barème de cotation des indices F, G et ND.....	43
Figure 26 : Diagramme cause-effet sur l'indisponibilité de refroidisseur.....	45
Figure 27 : les équipement critiques.....	47
Figure 28 : Schéma de principe de la régulation automatique des volets.....	49
Tableau 1 : Résultats d'analyse granulométrie du produit fini.....	32
Tableau 2 : Analyse de taux $P_2O_5$ .....	34
Tableau 3 : Résultats d'analyse de taux d'azote.....	36
Tableau 4 : Résultats d'analyse de taux d'humidité.....	37
Tableau 5 : Résultats de la température de produit fini.....	39
Tableau 6 : Résultats d'AMDEC.....	47

## Abréviation

MAP	Mono Ammonium Phosphate ( $\text{NH}_4$ ) $\text{H}_2\text{PO}_4$ Engrais binaire N,P
TED	Traitement d'eau douce
Bouillie	Mélange réactionnel en réacteur entre $\text{NH}_3$ et $\text{H}_3\text{PO}_4$
RM	Rapport molaire $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$
OCP	Office chérifien de phosphate
MSP	Maitrise statistique de procédé
TSP	Triple super phosphate
DAP	Di-ammonium de phosphate
RTG	Réacteur tubulaire a granulation
AMDEC	Analyse des modes de défaillance, de leurs effets et leurs criticités
RCA	Analyses des causes racine (Root cause analysis)
Bunge	Entreprise brésilienne

## **Introduction générale**

L'industrie des engrais est considérée aujourd'hui comme l'une des piliers de l'économie nationale. En ce sens, le Groupe OCP joue un rôle prédominant à la fois dans la valorisation du phosphate marocain, et dans le développement du pays, mais aussi dans la scène internationale où le besoin en engrais se fait de plus en plus croissant.

La production des engrais se compose généralement de cinq étapes : réaction, granulation, séchage, classification et broyage, et enfin conditionnement et stockage. La présente étude s'intéresse à la dernière étape.

Dans la ligne 306 du complexe chimique Jorf Fertilizer Company V, l'étape de conditionnement est assurée grâce à un refroidisseur à lit fluidisé et un enrobeur. Le refroidisseur à lit fluidisé se révèle être d'une importance capitale. En effet, outre son influence sur la consommation d'huile nécessaire à l'enrobage, il permet de limiter la prise en masse de l'engrais pendant son stockage.

Aujourd'hui, le problème de prise en masse du MAP produit au niveau de la ligne 306 est vivement posé lors de son stockage. Cette prise en masse, qui découle de l'indisponibilité du lit fluidisé de refroidissement, a donc naturellement un impact négatif sur la qualité du produit, et par voie de conséquence sur sa vente.

La présente étude a pour but d'étudier le lit fluidisé du refroidisseur de la ligne 306 pour mettre au clair les causes qui mènent à cette prise en masse. Elle sera donc scindée en quatre parties :

- La première partie vise à présenter brièvement l'organisme d'accueil et une généralité sur les engrais.
- La deuxième partie est une description du procédé de fabrication des engrais MAP.
- La troisième partie porte sur l'étude descriptive du système de refroidissement, et rappelle sur le phénomène de fluidisation.
- La quatrième, et dernière partie est expérimentale, c'est la mise en contexte d'une étude ; problématique de la prise en masse, les analyses des causes racines et les solutions.

**Première Partie : Description de  
l'organisme d'accueil et généralité sur  
les engrais**

## I. Présentation de groupe OCP

### i. Introduction

L'OCP est un groupe spécialisé dans l'extraction, la valorisation et la commercialisation du phosphate et de ses dérivés. Chaque année, plus de 24 millions de tonnes de minerais sont extraites du sous-sol marocain qui recèle les trois-quarts des réserves mondiales.

Les activités du Groupe OCP se répartissent sur six zones géographiques du pays : quatre sites d'exploitations minières à Khouribga, Youssoufia, Benguerir et Boucraâ, et deux sites de transformations chimiques à Safi et Jorf Lasfar. Selon les cas, le minerai subit une ou plusieurs opérations de traitement (Extraction, criblage, séchage, broyage ...). 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 phosphorique purifié, engrais solides.



Figure 1 : Les principaux sites d'implantation du groupe OCP

### ii. Historique

L'office chérifien des phosphates fût créé le 7 août 1920, il se réservait tous les droits de recherche et d'exploitation du phosphate, ainsi que, le monopole des ventes de ce minerai au marché mondial. L'exploitation effective du minerai ne fût entreprise qu'en 1921 dans la région de Oued-Zem et le premier navire a été chargé le 23 juillet 1921. Dès cette date, l'OCP connût une très vive expansion sans relâche, grâce à la qualité du minerai extrait et à l'appréciation des pays demandeurs.

À partir de 1921, l'historique de l'OCP est l'histoire prodigieuse d'expansion. En effet, le phosphate marocain ayant une teneur de 75% BPL (bon phosphate lime) c'est ce qu'on appelle couramment la teneur en phosphate Tricalcique, a fourni à l'industrie des engrais la possibilité

de faire un bond en avant du superphosphate, la demande pour le phosphate marocain fut très élevée.

Encouragé par cette réussite l'OCP étudia alors la mise en exploitation d'un nouveau gisement à Youssoufia (1930), la teneur de phosphate de ce gisement (70%), bien inférieure à celle du phosphate de Khouribga reste néanmoins supérieure à celle des gisements exploités dans les autres pays (U.S.A, Tunisie...).

En 1939, la guerre éclate et les relations commerciales avec un grand nombre de pays sont rompues (en 1940 l'OCP n'a pu exporter que 714 290 tonnes).

Au lendemain de la guerre (1944-1945), la restauration des sols et la restructuration du secteur agricole des pays européens exigeait des quantités croissantes d'engrais et les exportations de l'OCP repartent en flèche pour dépasser 10 millions de tonnes en 1964.

En 1975, dans le cadre de la récupération des provinces sahariennes, l'OCP a pris en charge l'exploitation du phosphate de Boucraà, et en 1979 il démarra l'exploitation d'une nouvelle zone minière : le centre de Benguerir.

En matière de transformation sur place du phosphate produit, en acide phosphorique et engrais l'OCP a mis en service plusieurs usines :

- Maroc Chimie I en 1965 à Safi.
- Maroc Chimie II en 1976 à Safi.
- Maroc phosphore III et IV en 1986 à Jorf Lasfar.
- 2004 Démarrage de Pakistan Maroc Phosphore à Jorf Lasfar
- 2008, Transformation du groupe OCP en SA (société anonyme).
- 2009 Démarrage de Bunge Maroc Phosphore à Jorf Lasfar
- 2013 Démarrage des nouvelles lignes
- 2016 La création de sa filiale, OCP AFRICA

### **iii. Statut juridique de l'entreprise**

Le groupe OCP a été constitué sous la forme d'un organisme d'État avec une gestion autonome. Mais étant donné le caractère de ses activités commerciales et industrielles, il est doté d'une organisation lui permettant d'agir avec les mêmes mécanismes privés.

L'OCP fonctionne ainsi comme une société dont le seul actionnaire est l'État il est dirigé par une Direction Général nommé par Dahir. Le conseil d'administration est présidé par le premier Ministre. En ce qui concerne la gestion financière, elle est entièrement séparée de celle de l'État.

Chaque année, l'OCP établit son bilan, son compte d'exploitation et ses prix de revient comme les entreprises privées. L'OCP est inscrit aussi au registre du commerce et soumis sur le plan fiscal aux mêmes obligations que n'importe quelle entreprise privée (patente, droits de douane, taxes à l'exploitation, impôts sur les salaires, impôts sur les bénéfices, ... etc.).

Toutefois, cet organisme a connu, une certaine tendance vers des partenariats étrangers (IMACID, EMAPHOS et PAKPHOS).

## II. Le site de Jorf Lasfar

Après le complexe industriel MAROC PHOSPHORE I et II à Safi, le groupe OCP a décidé de réaliser le complexe industriel MAROC PHOSPHORE III-IV à Jorf Lasfar en 1986, pour doubler sa capacité de valorisation des phosphates.

Le complexe industriel de Jorf Lasfar, se situe à 20 km au sud-ouest d'El Jadida, et s'étend sur 1800 hectares environ. 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 des terrains pour les extensions futures.

Le site de Jorf Lasfar est partagé entre plusieurs entités, explicitées dans la figure 2. Son activité tourne autour de trois axes principaux :

- La production de l'acide sulfurique pour répondre aux besoins internes du site
- La production de l'acide phosphorique
- La production des engrais : TSP, MAP, DAP, NPK...etc.

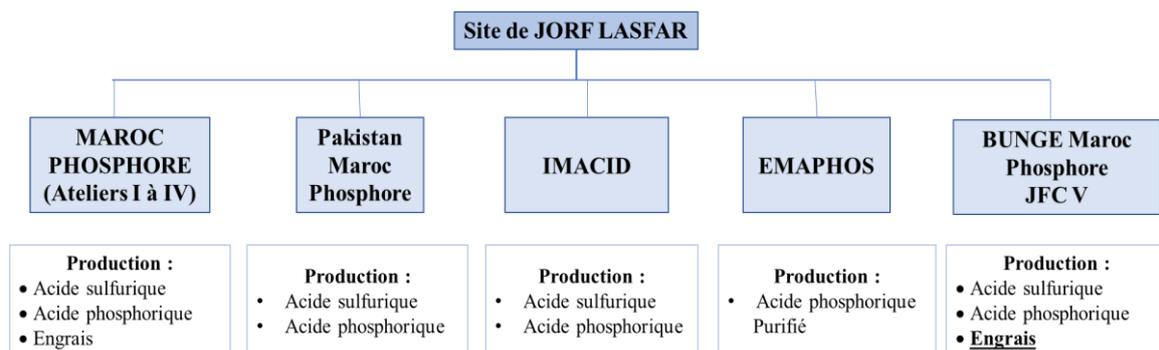


Figure 2 : Les principales entités dans le site Jorf Lasfar

### i. Jorf Fertilizer Company V (JFC V)

Cette usine, est située à la plateforme industrielle de Jorf Lasfar. L'inauguration de cette entité atteste du bien-fondé de la politique de partenariat à long terme engagée par le groupe OCP avec ses clients de renommée mondiale. Un projet hautement stratégique.

Le 11 novembre 2005, l'Office Chérifien des phosphates (Maroc) et Bunge (Brésil), ont annoncé la concrétisation de la joint-venture 50%-50% (mais maintenant c'est 100% marocaines) pour la construction d'un complexe intégré de production d'engrais à Jorf Lasfar au Maroc. Ce complexe est destiné à subvenir en priorité aux besoins de Bunge en engrais.

Le projet JFC V est un ensemble chimique de production des matières premières à base de phosphate pour les engrais et autres produits intermédiaires utilisant le phosphate naturel de qualité inférieure, le projet se compose d'une unité de production d'acide sulfurique d'une capacité de 3410 tonnes par jour, et d'une unité de production d'acide phosphorique d'une capacité de 1200 tonnes de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> par jour.

Le complexe est constitué des installations suivantes :

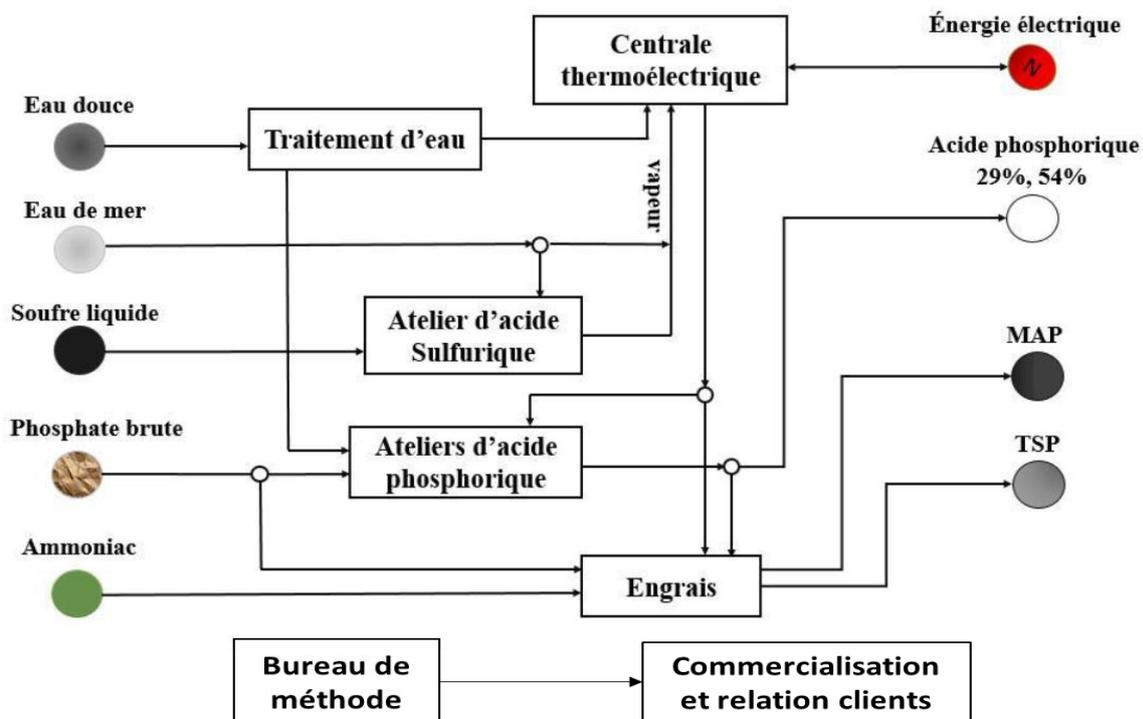


Figure 3 : Organigramme JFC V

- **Atelier traitement d'eau douce (TED)**

L'installation TED a pour rôle le traitement, le stockage et la distribution des différentes qualités d'eaux. Cette eau sera utilisée par la suite pour la fabrication d'acides et d'engrais, ainsi que pour des besoins de refroidissement.

- **Atelier acide sulfurique**

La fabrication de l'acide sulfurique est réalisée en règle générale en 3 étapes :

*La combustion* : consiste à brûler du soufre dans un four pour former l'anhydride sulfureux (SO<sub>2</sub>) :



*La conversion* : consiste à combiner l'anhydride sulfureux dans un convertisseur pour produire de l'anhydride sulfurique (SO<sub>3</sub>) : 
$$\text{SO}_2 + \frac{1}{2} \text{O}_2 \longrightarrow \text{SO}_3$$

*L'absorption* : consiste à combiner l'anhydride sulfurique à l'eau dans des tours d'absorption pour former une solution contenant 98 à 99% d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) :



- **Atelier acide phosphorique**

Le procédé de fabrication utilisé est par voie humide, dont l'acide est obtenu par l'attaque du phosphate minéral par un acide fort (acide sulfurique) :



- **Centrale thermoélectrique**

La centrale thermoélectrique se base essentiellement sur la vapeur, on distingue deux types de vapeur : la vapeur à haute pression (HP) et la vapeur à basse pression (BP).

- **Atelier engrais**

Dans cet atelier on procède à la fabrication des engrais chimiques, qui s'effectue en mélangeant, phosphate, l'acide phosphorique provenant de l'atelier phosphorique et l'ammoniaque provenant de stockage. Ce mélange conduit à la formation d'une bouillie à partir de laquelle on obtient les engrais suivants :

MAP : Mono-ammonium phosphate.

TSP : triple superphosphate avec un seul élément fertilisant qui est le phosphate.

### III. Généralité sur l'engrais

#### i. Définition

Les engrais sont des substances destinées à fournir aux plantes, par l'intermédiaire du sol, un ou plusieurs compléments nutritifs, jugés insuffisamment abondants dans le sol, afin d'améliorer leur croissance, et augmenter le rendement et la qualité des cultures. L'action consistant à apporter un engrais s'appelle la fertilisation.

Ces éléments peuvent exister naturellement dans le sol ou y sont apportés artificiellement sous forme :

- Stable dans la solution sol : ces engrais sont presque immédiatement utilisés par la plante.
- Des cations ou des anions échangeables, fixés par le complexe adsorbant du sol, ces ions sont progressivement mis à la disposition de la plante.
- Les engrais granulés : sont sous forme de particules solides de taille comprise entre une limite inférieure et une limite supérieure le plus souvent entre 2 et 4mm.

#### ii. Éléments nutritifs

Les engrais amènent aux plantes une variété d'éléments nécessaires à leur croissance : Des éléments majeurs, des éléments secondaires et des oligo-éléments.

##### a. Éléments fertilisants majeurs

Les principaux éléments nutritifs sont l'azote (N), le phosphore (P) et le potassium (K). Ils font partie des éléments de bases (dont la plante a besoin en grande quantité) et sont les éléments les plus susceptibles de manquer dans un sol.

Le rôle des éléments majeurs peut se résumer comme suit :

- **Azote** : c'est un élément fondamental pour la matière vivante, c'est l'un des principaux constituants de la chlorophylle.
- **Phosphore** : c'est un régulateur qui favorise la croissance, le développement des racines, la rigidité des tissus ainsi qu'une grande résistance aux maladies.
- **Potassium** : c'est un élément essentiel qui participe à la synthèse des protéines il accroît la résistance de la plante contre les parasites.

##### b. Oligo-éléments

Bore, Cuivre, Fer, Manganèse, Molybdène et Zinc. Ces éléments jouent un rôle important dans le métabolisme des protéines et la synthèse de la chlorophylle.

##### c. Éléments nutritifs secondaires

Les éléments secondaires sont le magnésium, le soufre et le calcium. Ils sont également absorbés par les plantes en grandes quantités.

- **Calcium** : la présence de cet élément est indispensable à la nutrition des plantes pour lesquelles il joue deux rôles : rôle de structure et rôle métabolique.
- **Magnésium** : est un constituant de la chlorophylle qui joue donc un rôle important dans la photosynthèse.
- **Soufre** : entre dans la composition des acides aminés indispensable aux êtres vivants. Il joue un rôle essentiel dans le métabolisme des vitamines

### **iii. Formes des engrais**

Les engrais peuvent se présenter sous différentes formes :

**Les engrais pulvérulents** : ils sont constitués de fines particules d'une dimension maximale de 2 à 3 mm, mais sans limite inférieure, cette forme est la moins utilisée.

**Les engrais granulés** : ils sont sous forme de particules solides de taille comprise entre une limite inférieure et supérieure, le plus souvent entre 2 et 4mm.

**Les engrais liquides** : ils sont des solutions aqueuses de sels fertilisants, plus ou moins limpides. On conserve le terme de solution aux engrais liquides parfaitement claire comme l'eau ammoniacale ou les solutions azotées contenant de l'urée et du nitrate d'ammonium.

### **iv. Types des engrais granulés :**

Il existe trois types d'engrais :

**Engrais primaire** : contenant un élément fertilisant majeur. Par exemple TSP

**Engrais binaire** : contenant deux éléments fertilisants majeurs. Les principaux engrais binaires sont MAP et DAP.

**Engrais ternaire** : ce type contient les trois éléments nécessaires pour la croissance de la plante ; azote, phosphore et potassium noté NPK.

### **v. Avantages d'utilisation des engrais**

L'application des engrais sert à augmenter les revenus des agriculteurs pour passer d'une agriculture de subsistance à l'agriculture de rente (marché). Pour y arriver le recours aux engrais minéraux associés aux bonnes pratiques culturales s'avère précieux. C'est à cette condition que l'agriculteur peut dégager des excédents nécessaires à la satisfaction des besoins de base. Les coûts de production d'un kg diminuent avec l'utilisation des engrais, permettant aux producteurs de vendre à des prix compétitifs.

**Deuxième partie : description générale du procédé  
de fabrication des engrais MAP**

## Introduction

La fabrication des engrais MAP est basée sur la réaction entre l'acide phosphorique et l'ammoniac et la granulation de la bouillie composée dans Le RTG (réacteur tubulaire à granulation). Le produit granulé est introduit dans un sécheur chauffé par les gaz provenant d'une chambre à combustion. À la sortie du sécheur, le produit subit une sélection par tamisage à travers des cribles. Le produit marchand ainsi obtenu est refroidi, puis enrobé afin d'éviter la prise en masse au moment du stockage.

### I. Les étapes de fabrication des engrais MAP

#### i. Réactions

La réaction entre l'ammoniac et l'acide phosphorique a lieu dans les réacteurs de tuyauterie à granulation (RTG) 306-I-01 A/B (fonctionnant tous deux en parallèle), qui sont composés d'une tête de mélangeur et d'un tuyau de distribution, ce dernier installé directement à l'intérieur du tambour du granulateur.

L'acide phosphorique utilisé dans cette étape est un mélange entre l'acide phosphorique concentré (54%) du réservoir 306-R-01 et liquide utilisé dans la section de lavage (acide phosphorique 27% et l'eau).

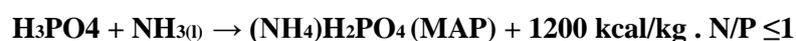
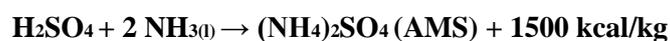
Chaque réacteur de tuyauterie est équipé de régulateurs de débit d'acide et d'ammoniac, l'acide étant alimenté par les pompes du réacteur de tuyauterie à vitesse variable 306-P-01 A/B.

Le temps de séjour des réactifs dans le réacteur n'est que de quelques secondes, évitant la création de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> insoluble (cristallisé) ou la formation d'autres composés à partir des réactions avec l'eau collée dans leur composition.

Un système de nettoyage automatique et inter-verrouillé a également été fourni pour rincer le réacteur avec de la vapeur à pression moyenne, en cas d'arrêt inattendu ou de rinçage programmé, le rinçage prendra une ou deux minutes et sera effectué sans arrêter le fonctionnement du procédé.

#### a. Réactions chimiques dans le réacteur

Les principales réactions chimiques qui entrent en jeu pour la production du MAP dans la ligne 306 se font entre l'acide sulfurique, l'ammoniac et l'acide phosphorique. La réaction principale est une réaction de neutralisation de l'ammoniac avec de l'acide phosphorique, et, dans une moindre mesure, avec de l'acide sulfurique :



Lorsque le rapport molaire N/P final dépasse légèrement 1, alors la réaction suivante est également possible :



La première réaction a lieu principalement dans le système de lavage, mais elle se produit également dans le granulateur et dans le réacteur (en raison de l'acide sulfurique contenu dans l'acide phosphorique, ou l'acide sulfurique parfois alimenté à ces équipements). Cette réaction est la priorité sur toutes les autres réactions du fait que l'acide sulfurique est plus fort que l'acide phosphorique.

La deuxième réaction se déroule dans le réacteur tubulaire et le système de lavage, où l'acide phosphorique est utilisé comme un liquide de lavage pour récupérer l'ammoniac susceptible d'être perdu. Elle peut aussi se produire dans le granulateur, si l'ammoniac est ajouté par son système de pulvérisation.

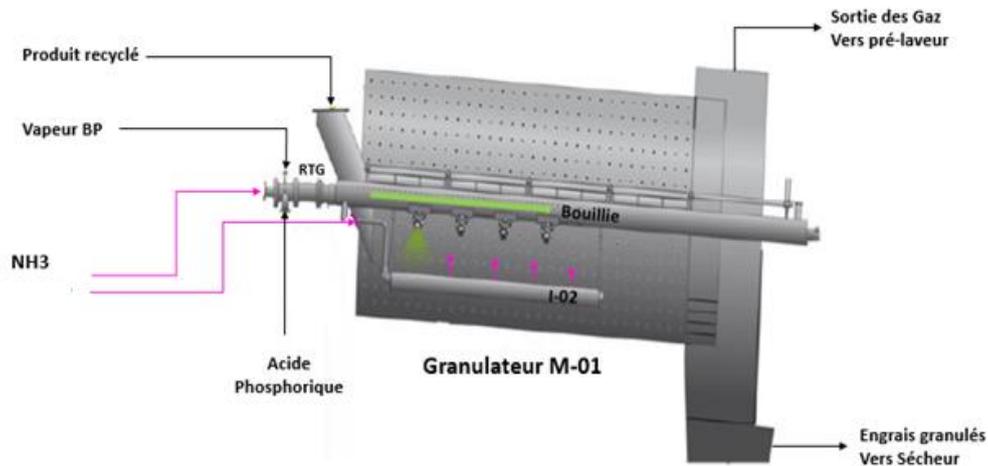
Enfin, la troisième réaction ne se produit que lorsque le rapport molaire N/P est supérieure à 1 et elle a lieu dans le réacteur voir occasionnellement dans le lit du granulateur.

D'autres réactions peuvent se produire pendant la réaction principale ou après le stockage du MAP produit, qui sont pour la plupart dues aux impuretés présentes dans l'acide phosphorique.

## **ii. Granulation**

Le système de granulation a pour fonction de transformer la bouillie en un engrais granulaire de composition et de taille bien définie, par un réacteur tubulaire. La granulation se produit dans le granulateur à tambour 306-M-01, où la bouillie est pulvérisée sur un lit de matière sèche recyclée ; composée à la fois de grains à fines tailles broyées, d'une partie du produit commercial retourné au granulateur et au remplisseur (ballast).

Le mouvement rotatif du granulateur distribue uniformément la bouillie sur la surface des granulés du lit de matière et permet de produire une couche uniforme, dure et arrondie. Le granulateur est incliné à 2,5 % vers l'extrémité de décharge pour faciliter le transport de la grande charge de recyclage. L'ajout d'ammoniac au granulateur se fait au moyen d'un système d'ammonisation 306-I-02 spécialement conçu par INCRO, composé de quatre tuyaux indépendants qui injectent de l'ammoniac liquide en profondeur dans le lit solide, ce qui favorise l'évaporation de l'eau des granulés.



**Figure 4 : granulateur**

Au cours de la fabrication normale du MAP, la plupart de l'ammoniac sera introduite dans le réacteur et le reste d'ammoniac (environ 15 %) sera introduit par le système d'ammonisation directement dans le granulateur. Dans le cas de la production de DAP environ 25 % de l'ammoniac total sera introduit par le système d'ammonisation directement au granulateur.

Le granulateur sera revêtu de caoutchouc et équipé d'un grattoir apex, pour minimiser l'accumulation de produit sur sa coquille et la formation de gros grumeaux.

Les matières solides sortant du granulateur, dont la teneur en humidité est d'environ 4%, seront acheminées par gravité vers le sécheur afin d'atteindre l'humidité finale requise de 1%. Les gaz mis au point dans le granulateur sont aspirés vers le laveur 306-D-03, pour récupérer la plupart des pertes de poussière et d'ammoniac.

### **iii. Séchage**

Le séchage vise à réduire l'humidité du MAP produit vers une valeur de 1 %. Cette étape se déroule dans le sécheur 306-M-02. L'opération de séchage se fait en mettant en co-courant le MAP avec des gaz chauds ayant une température entre 150 et 225 °C. Cette étape permet d'éviter les phénomènes de colmatage des appareils de broyage, criblage et conditionnement ainsi que la prise en masse au cours du stockage de l'engrais. Les solides alimentant le sécheur sont soulevés par des pelles releveuses puis tombent en cascade à travers un flux co-courant d'une masse gazeuse provenant de la chambre à combustion.

Les gaz chauds sont issus de la chambre de combustion à fuel 306-F-01 qui est connectée directement au sécheur. La chambre de combustion utilise du fuel lourd N° 2 et l'air pour la combustion.

L'air de dilution aspiré par le ventilateur 306-C-04, est utilisé pour réduire la température des gaz chauds dans le brûleur, et ainsi pour éviter une surchauffe dans le réfractaire.

Les températures excessives dans le sécheur, doivent être évitées pour ne pas décomposer le produit, perdre l'ammoniac ou la former les vapeurs.

Le contrôle du taux d'allumage est basé sur la température du gaz d'entrée du sécheur (environ 150-225 ° C) ou la température du gaz à la sortie du sécheur (contrôlée entre environ 100 et 105 ° C pour le MAP). Un sélecteur permettra à l'opérateur de choisir avec quelle température on peut contrôler l'alimentation en fuel du brûleur.

L'air sortant du sécheur contient une partie de l'ammoniac qui s'est échappé du produit, ainsi que la poussière et la vapeur d'eau du produit pendant le processus de séchage. Cet air est cyclonisé dans les cyclones 306-S-11 A / B / C / D afin de séparer la partie principale des poussières transportées. Ces cyclones sont isolés et équipés de chaînes de nettoyage (éventuellement avec vibrateurs) afin d'éviter toute accumulation à l'intérieur des parois des cyclones. Quatre trémies individuelles sont installées pour collecter la poussière séparée des cyclones, chacune avec son clapet de décharge correspondant. La poussière évacuée rejoint le reste du produit recyclé sur le convoyeur de recyclage 306-T-11.

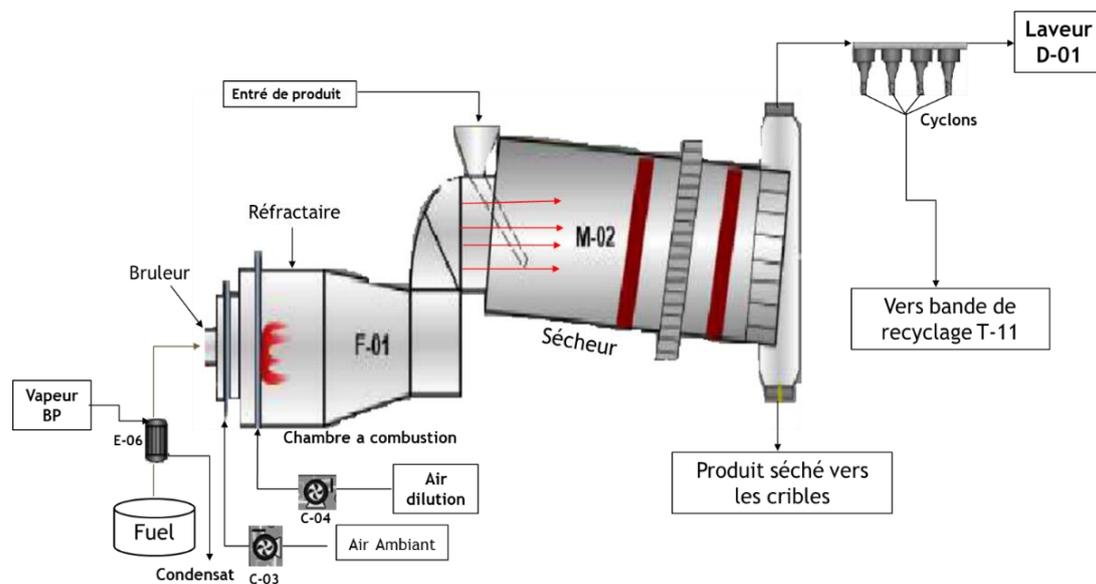


Figure 5 : Schéma d'étape de séchage

#### iv. Criblage et broyage

A la sortie du sécheur, le produit est acheminé, à travers la bande 306-T-12 et l'élévateur 306-T-02, vers les cribles.

Le système de criblage dans la ligne 306 est constitué de trois cribles 306-S-02 A/B/C et de trois répartiteurs vibrants 306-S-01 A/B/C pour assurer une répartition sur toute la largeur des cribles.

Les gros grains de diamètre supérieur à 4 mm constituent les refus de chaque crible, ils sont dirigés vers la bande de recyclage en passant par les broyeurs à cylindres 306-B-02 A/B/C. Les grains fins de diamètre inférieur à 2 mm sont les passants du dernier tamis, ils rejoignent directement la bande de recyclage 306-T-11.

Le produit calibré entre 2 et 4 mm est dirigé au moyen de la bande 306-T-13 vers le tamis finisseur 306-S-03 pour améliorer sa granulométrie puis vers le refroidisseur. Les fines et les gros grains de cette opération sont récupérés pour rejoindre directement la bande de recyclage 306-T-11.

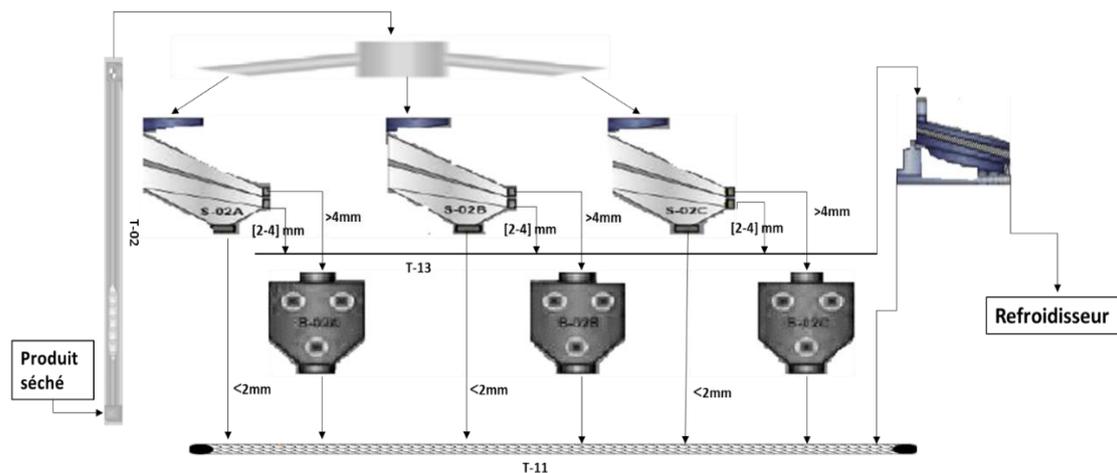


Figure 6 : Schéma d'étape de classification

#### v. Conditionnement : Refroidissement et enrobage

L'étape de refroidissement vient après la boucle de granulation. Elle vise à réduire la température du produit fini à 45°C environ, dont la température à l'entrée est comprise entre 80°C et 95°C. Cette étape est assurée par le lit fluidisé 306-E-11. Dans le cas d'indisponibilité du refroidisseur, le produit est dirigé directement vers l'élevateur T-03 par la bande T-14.

*Cette partie, objet de la présente étude, sera vue plus en détails par la suite.*

Le produit refroidi est ensuite envoyé vers l'élevateur 306-T-03 puis enrobé dans l'enrobeur 306-M-03 par pulvérisation d'un enrobant, huile aminée, pour éviter sa prise en masse et la génération de poussières lors de la manutention, avant les étapes du stockage et du transport du produit.

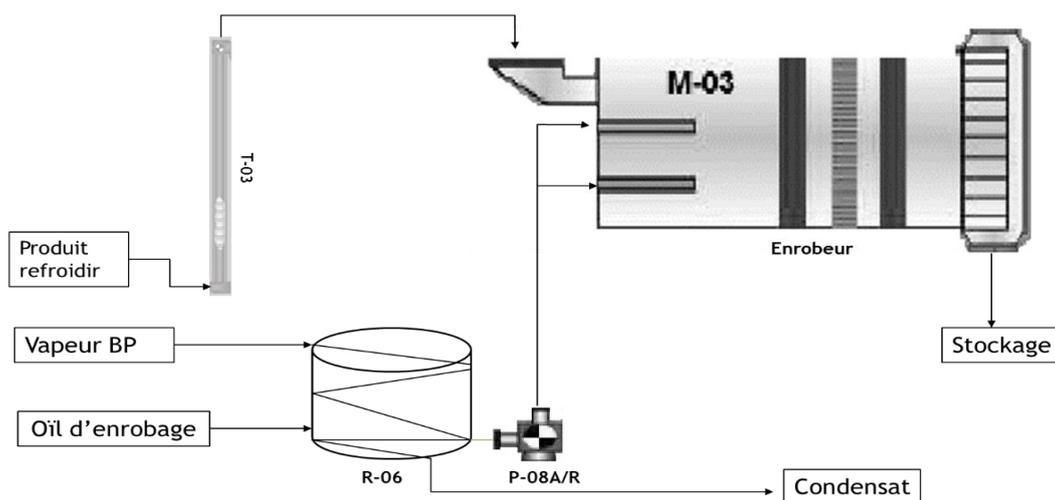


Figure 7 : Schéma d'étape d'enrobage

#### vi. Section de lavage des gaz

Les gaz issus du réacteur tubulaire et du granulater contenant de l'ammoniac gaz et la poussière sont lavés dans le pré-laveur D-03, ce dernier est alimenté par d'une solution provenant du bac R-03 de rapport molaire 0.3 - 0.5 et de température entre 80 et 100°C.

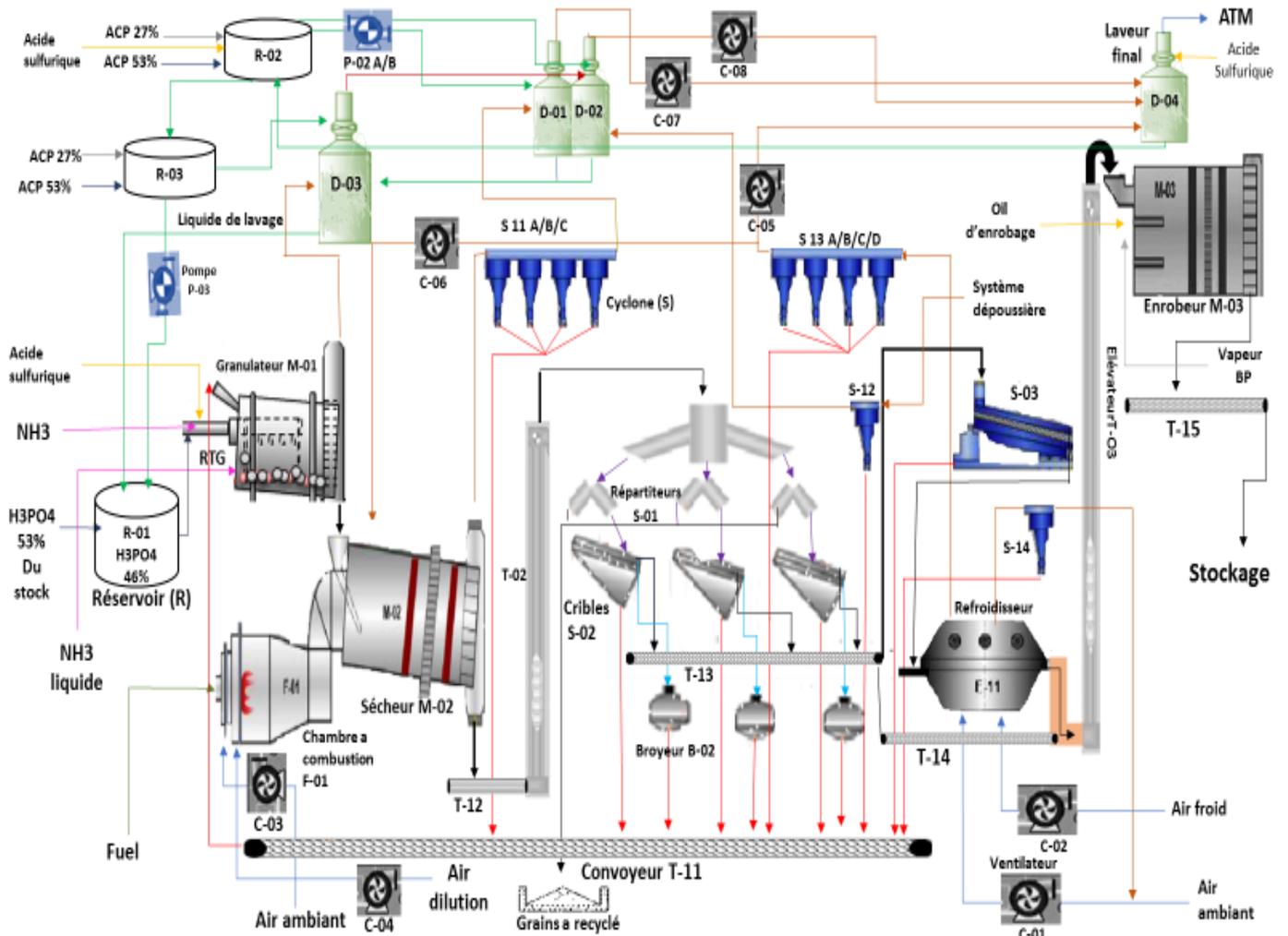
Les gaz issus du pré-laveur D-03 s'ajoutent aux gaz provenant des cyclones d'assainissement général et subissent par la suite un lavage par le laveur D-02, ce dernier est alimenté par une solution provenant du bac R-02 de rapport molaire entre 0.1 – 0.3 et de température entre 60 - 75 °C.

Les gaz issus du sécheur, contenant des poussières, sont assainis dans un premier temps une batterie de quatre cyclones. Puis, lavés dans le laveur D-01 qui est alimenté par une solution provenant du bac R-02.

Les gaz issus du refroidisseur, contenant des poussières, sont assainis par une batterie de quatre cyclones et dirigés par la suite vers le laveur final D-04.

Finalement, les gaz issus des laveurs D-01 et D02 ainsi que ceux issus du refroidisseur sont lavés dans la tour de lavage finale par une solution contenant principalement de l'eau et de l'acide sulfurique, et ce, pour réduire les émissions de poussières, d'ammoniac et de fluor.

➤ Schéma général de procédé de la production des engrais MAP dans la ligne 306



Produit	Couleur des fiches
Acide phosphorique ( 54%)	→
Acide phosphorique ( 27%)	→
Ammoniaque NH3	→
Acide sulfurique	→
Engrais MAP ( produit marchand)	→
Fuel	→
Air	→
Oil d'enrobage	→
Gaz et poussières	→
Liquide de lavage	→
Vapeur basse pression	→
Produit calibré > 4mm	→
Produit calibré entre 2mm et 4 mm (marchand)	→
Produit calibré < 2 mm	→
Produit recyclé	→

Figure 8 : Schéma descriptif de la fabrication des engrais MAP

**Troisième partie : Etude descriptive sur le système du refroidissement et rappelle sur le phénomène de fluidisation**

## Introduction

Un solide divisé, poudre ou milieu granulaire, se définit comme un assemblage des particules solides hétérogènes dispersées dans une phase gazeuse continue entre lesquelles s'exercent une multitude d'interactions.

Tous les solides divisés n'ont pas la même aptitude à être fluidisés et en conséquence, ils peuvent se comporter différemment vis-à-vis de la fluidisation. Le comportement d'un lit fluidisé dépend fortement des interactions fluide-solide, donc est conditionné en partie par les propriétés des particules.

Cette partie a pour but de voir une étude bibliographique sur le phénomène de fluidisation et une description d'un système de refroidissement.

### I. Description de la section de refroidissement

Le principe de refroidissement est basé sur la mise en contact entre l'air ambiant aspiré par deux ventilateurs C-01, C-02 et les granules d'engrais. L'air aspiré par le ventilateur C-02 traverse des échangeurs. Ces derniers comportent deux batteries : une froide où l'air est refroidi à 21°C en rentrant en échange thermique avec l'Éthylène Glycol (EG), et l'autre chaude où l'air est réchauffé à une température de 27°C via un échange avec la vapeur circulant dans des serpentins à l'intérieur d'échangeur. Son humidité étant éliminée, l'air est refoulé au refroidisseur.

Le produit commercial MAP est caractérisé par une humidité relative critique autour de 70-75% à 30 °C. Le produit est donc hygroscopique et peut facilement prendre en masse en contact avec l'air, surtout pendant les jours humides.

Par conséquent pour réaliser un bon refroidissement et minimiser l'eau absorbée par le produit, le lit fluidisé 306-E-11 a été conçu en deux chambres indépendantes, séparées par un mur intermédiaire permettant le passage du produit fini d'une chambre à l'autre. Le lit fluidisé est équipé de deux ventilateurs centrifuges 306-C-01 et 306-C-02, qui aspirent l'air servant au refroidissement et à la fluidisation dans, respectivement, la première et la deuxième chambre.

Le refroidissement est plus délicat dans la deuxième chambre, étant donné que la différence de température entre le produit et l'air n'est pas très élevée, il est nécessaire de passer par le refroidisseur d'air 306-E-02 puis par l'échangeur 306-E-01, dont le but de réduire l'humidité relative de l'air au-dessous de la valeur 70 %.

Le refroidisseur d'air 306-E-02 utilise une solution à 50 % d'éthylène glycol comme fluide réfrigérant. Ce fluide joue un double rôle, il élève d'abord la température de la solution d'ammoniac de -20/-25 °C à +5/+15 °C dans l'échangeur 306-E-03 avant de refroidir l'air dans

le refroidisseur 306-E-02. L'air refroidi est alors caractérisé par une humidité relative d'une valeur de 100 %, et l'eau condensée peut être séparée pour améliorer encore plus l'opération de refroidissement du produit fini.

À la sortie de la première chambre, l'air passe d'abord par les cyclones 306-S-13 A/B/C/D puis il est aspiré par un ventilateur d'extraction 306-C-05 et un ventilateur de recirculation 306-C-06. Le ventilateur d'extraction 306-C-05 aspire 65 à 70 % du courant total de l'air sortant et l'envoie vers l'épurateur de gaz 306-D-04, alors que le ventilateur de recirculation 306-C-06 aspire le reste et l'envoie vers la chambre de combustion 306-F-01. Au niveau de la deuxième chambre, l'air chaud sortant est réutilisé dans le circuit d'aspiration du ventilateur 306-C-01 où il sera mélangé avec l'air ambiant à 40 %. Toutefois, pour éviter que des particules fines ou des granulats de petites tailles, colmatent et bouchent le plateau perforé du lit fluidisé, l'air sortant de la deuxième chambre passe d'abord par le cyclone 306-S-14. Le produit retenu est alors envoyé vers le convoyeur 306-T-23 qui l'achemine vers le convoyeur de recyclage 306-T-11.

Enfin, le lit fluidisé doit être inspecté régulièrement, pour vérifier que la fluidisation se fait convenablement et qu'il n'y a pas d'accumulation de produit dans le lit. Dans le cas contraire, une opération de nettoyage ou de maintenance doit être effectuée. Pour cela, et afin de ne pas arrêter la production pour cette raison, l'inverseur de dérivation 306-Y-04 est installé à cet effet. Il permet d'envoyer le produit directement au convoyeur 306-T-14 qui l'achemine vers l'élévateur 306-T-03.

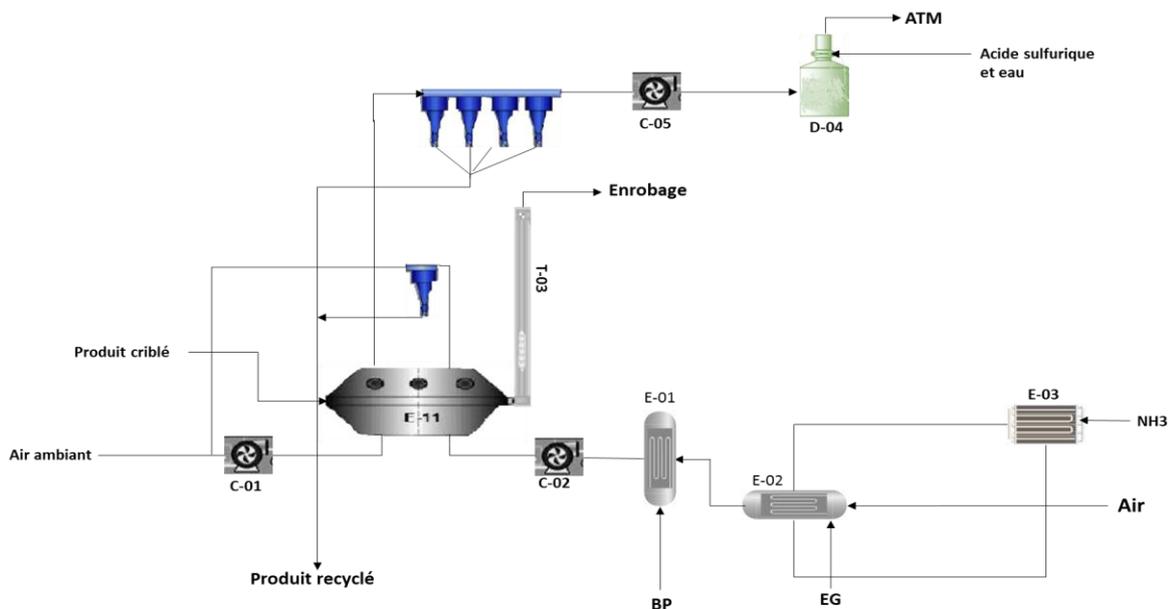


Figure 9 : Schéma détaillé du système de refroidissement

## **II. Phénomène de fluidisation**

### **i. Introduction**

Ces dernières années, les équipements des lits fluidisés ont été largement utilisés dans les applications industrielles. A cet effet on peut citer : l'industrie pharmaceutique, agroalimentaire, pétrolière et métallurgique. La principale raison de ce succès est la capacité du lit fluidisé à effectuer un certain nombre d'opérations unitaires, par exemple : mélange, séchage, revêtement et granulation au sein de la même pièce d'équipement, soit séparément ou séquentiellement. Comme la technologie de fluidisation est reconnue pour ses excellentes capacités de mélange et de transport de chaleur et de masse, elle est considérée comme un outil efficace pour réaliser ces opérations techniques et industrielles. Cependant les lits fluidisés conviennent bien pour les réactions chimiques car ils permettent d'homogénéiser la température des différents composants. Ces conditions rendent possible l'obtention de meilleurs rendements et aussi une sélectivité supérieure. On atteint ces conditions grâce au brassage important du solide qui évite la présence de points locaux chauds ou froids dans les réacteurs. De plus la présence de solides ayant toujours des capacités thermiques élevées par rapport à celles des gaz est un bon moyen pour stabiliser la température des gaz [1].

### **ii. Définition de la fluidisation**

Quand un fluide ascendant traverse une couche de matériau pulvérulent, à partir d'un certain débit d'air, le lit pulvérulent commence à se dilater permettant à chaque grain d'être en suspension dans le courant de fluide : c'est l'état fluidisé. Il permet de mettre en contact intime un fluide (liquide ou gaz) et un solide divisé.

Un lit fluidisé offre une grande surface d'échange entre le gaz et le solide, une grande intensité des transferts thermiques entre le gaz et les particules, et entre le lit fluidisé et la paroi du réacteur, ce qui conduit à une excellente homogénéité des températures dans la couche et facilite le contrôle de cette température par rapport au retrait de chaleur [1]. De plus, les vitesses de transfert de matière entre le gaz et les solides sont élevées. Le comportement des solides en état fluidisé offre la possibilité d'effectuer des opérations en mode continu et de recycler des poudres ou des gaz ; ces caractéristiques constituent des avantages importants pour les applications industrielles. [2]

La fluidisation est donc un procédé de mise en contact d'une phase granulaire et d'une phase fluide (Gaz ou liquide) qui permet de maintenir les particules en suspension.

### iii. Principe de la fluidisation

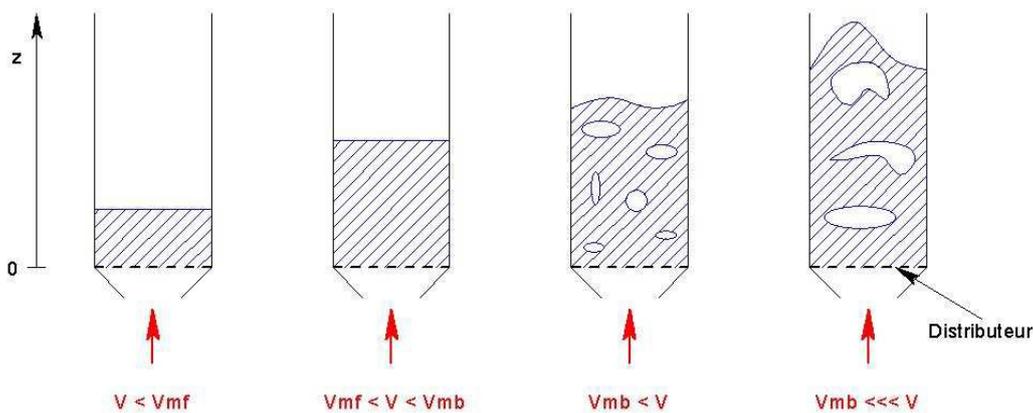
Quand un fluide ascendant traverse une couche de matériaux pulvérulent, à partir d'un certain débit d'air, le lit pulvérulent commence à se dilater permettant à chaque grain d'être en suspension dans le courant de fluide : c'est l'état fluidisé. Il permet de mettre en contact intime un fluide (liquide ou gaz) et un solide divisé.

Dans notre cas, nous étudierons la **fluidisation solide – gaz**.

Notons :

- $V_{mf}$ , vitesse minimale de fluidisation,
- $V_{mb}$ , vitesse minimale de bullage.

Considérons une couche de particules sphériques solides de même taille reposant sur une grille poreuse horizontale, à l'intérieur d'une colonne. On va faire circuler un gaz dans la colonne, dans le sens ascendant. On augmente au fur et à mesure le débit donc la vitesse de gaz afin d'observer les étapes suivantes :



**Figure 10 : Etapes de fluidisation**

- $V < V_{mf}$  : la couche de solide reste sur la grille. Plus la vitesse augmente, plus on peut observer des vibrations. Plus  $V$  augmente, plus la perte de charge croît.
- $V_{mf} < V < V_{mb}$  : pour une vitesse  $V_{mf}$ , on observe une expansion de la couche. Plus la vitesse augmente, plus le lit est expansé. Pour  $V > V_{mf}$ , la perte de charge devient constante. Les particules sont indépendantes les unes des autres et sont soumises à des mouvements désordonnés qui les conduisent à se déplacer uniformément de bas en haut et de haut en bas.
- $V_{mb} < V$  : à partir d'une certaine vitesse, des phénomènes de bullage apparaissent dans le lit.
- $V_{mb} \ll V$  : pour de très fortes vitesses, on observe des phénomènes de pistonage qui peuvent conduire à une expulsion du solide hors de la colonne. Cette particularité peut être appliquée au transport mécanique des solides pulvérulents.[3]

On notera que la vitesse minimale de bullage  $V_{mb}$  est comprise entre  $V_{mf}$  et  $5V_{mf}$  généralement.

#### iv. Régimes de fluidisation

Le procédé de fluidisation peut être exploité en batch ou en continu, et le dispositif peut s'adapter selon le mode de contact gaz-particules souhaité. En effet, l'état de la suspension de particules change en fonction du débit (ou de la vitesse) du gaz traversant le lit de particules : le lit peut être fixe, fluidisé ou transporté (Figure 11). Villermaux (1979) a classé les différents dispositifs utilisés en fonction des modes de contacts gaz-solide. L'utilisation de l'un de ces modes dépend de plusieurs facteurs comme la taille des particules et le temps de séjour du gaz dans le lit. [4]

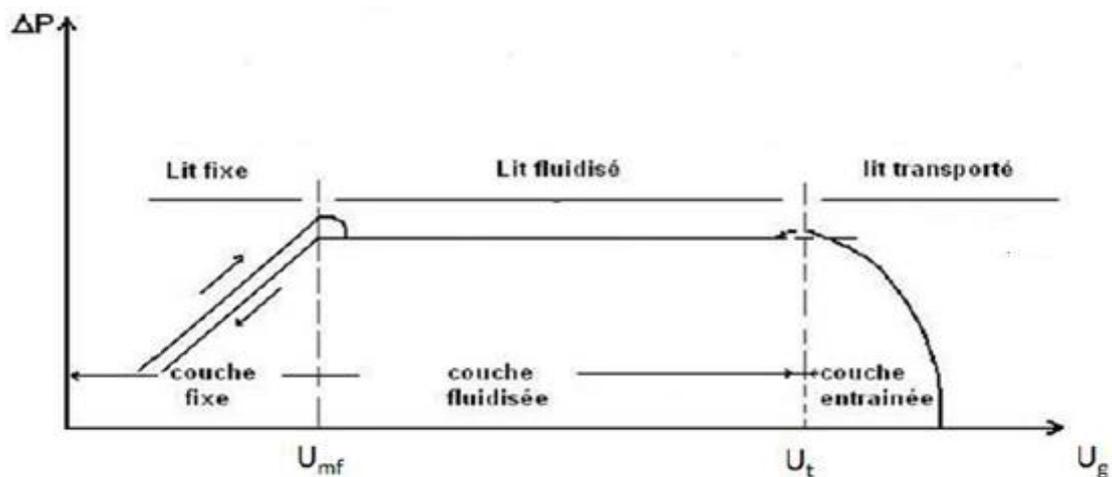


Figure 11 : Régimes de fluidisation et évaluation de perte de charge

##### ▪ Lit fixe :

Si la vitesse  $U$  est inférieure à la vitesse minimale de fluidisation  $U_{mf}$ , le lit de solide reste fixe et conserve son aspect compact. Le gaz passe alors entre les particules sans les soulever, et subit une perte de charge due aux frottements avec la surface des grains. Cette perte de charge est inférieure au poids du lit par unité de surface. [4]

##### ▪ Lit fluidisé :

Une fois que la vitesse  $U$  atteint la valeur de la vitesse minimale de fluidisation  $U_{mf}$ , le poids des particules est compensé par les forces de frottement dues à l'ascension du gaz. Les particules sont alors en suspension, bougent légèrement mais ne présentent pas de mouvement d'ensemble.

En augmentant légèrement la vitesse  $U$ , la hauteur du lit augmente lentement. Il est alors question de fluidisation homogène ou particulaire et le lit est en expansion. [4]

##### ▪ Lit transporté :

Cet état survient quand la vitesse de fluidisation  $U$  dépasse la vitesse de chute libre des particules  $U_t$ . Il est question alors de transport pneumatique puisque les particules quittent le lit

fluidisé et sont entraînées par le courant gazeux. Ce régime est appelé lit transporté. Si des dispositifs annexes sont installés pour récupérer les particules et les réintroduire dans le lit, il est alors question de lit fluidisé circulant. [4]

#### v. Perte de charge

Dans une colonne de fluidisation, le gaz est injecté de façon continue par le bas, à travers le lit de particules, supporté par une grille (distributeur ou fritté), pour les mettre en suspension. La perte de charge exprime la chute de pression subie par le gaz le long du lit, due aux forces de friction entre les particules et le gaz. La perte de charge est la différence de pression entre la pression exercée par le gaz au-dessous du lit de particules et la pression au-dessus du lit de particules (Figure 12). [4]

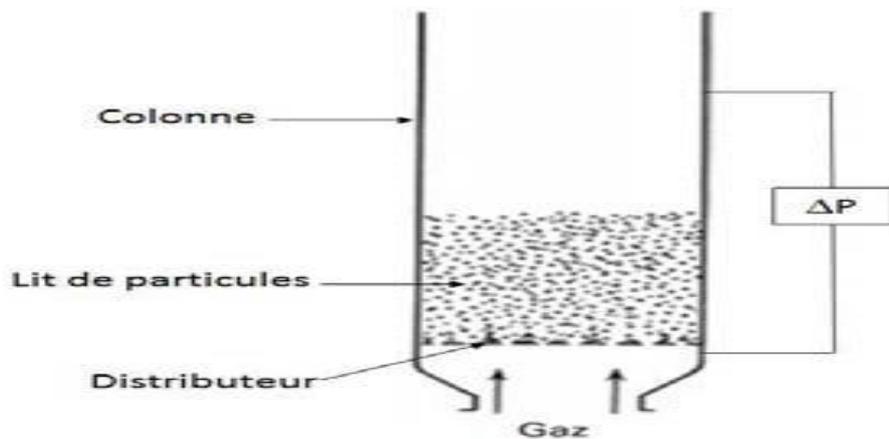


Figure 12 : Mesure de la perte de charge

Pour  $U_{mf} < U_g < U_t$ , lorsque la perte de charges reste constante, elle est égale au poids du lit ( $m_{lit} \times g$ ) par unité de surface de section ( $S$ ) de la colonne :

$$\Delta P = m_{lit} \times g / S$$

Avec  $g$  accélération en  $m/s^2$ .

Souvent, pour tracer l'évolution des pertes de charge en fonction de la vitesse du gaz, ce sont les pertes de charge adimensionnelles ( $\Delta P^*$ ) qui sont utilisées. Elles sont le rapport entre pertes de charge expérimentales (pour lesquelles les pertes de charge du fritté ont été soustraites) et pertes de charge théoriques :

$$\Delta P^* = \Delta P_{exp} (-\Delta P_{fritté}) / \Delta P_{théo}$$

Si  $\Delta P^* = 1$ , alors  $\Delta P_{exp} = \Delta P_{théo}$ , la fluidisation atteint le palier prévu.

Si  $\Delta P^* > 1$ , alors  $\Delta P_{exp} > \Delta P_{théo}$ , possibilité d'un fritté bouché, d'une prise en masse.

Si  $\Delta P^* < 1$ , alors  $\Delta P_{exp} < \Delta P_{théo}$ , fuite du gaz, perte de poudre ou  $U_g < U_{mf}$ .

Comme vu précédemment, selon la vitesse du gaz, le lit de particules adopte différents régimes de fluidisation. Chacun de ces régimes peut être caractérisé par un phénomène de bullage particulier et une évolution spécifique des pertes de charge de ce lit.

#### vi. Méthode de détermination des vitesses minimales de fluidisation

La vitesse minimale de fluidisation est la vitesse du fluide à partir de laquelle le lit fluidisé s'établit. Elle peut être déterminée en se basant sur les mesures de la perte de charge en fonction de la vitesse du gaz. L'une des méthodes les plus connues est celle proposée par Davidson et Harrison (1971) :  $U_{mf}$  est la vitesse du gaz résultant de l'intersection graphique du palier horizontal de perte de charge et de la droite représentant la perte de charge à vitesse descendante (Figure 13).[4]

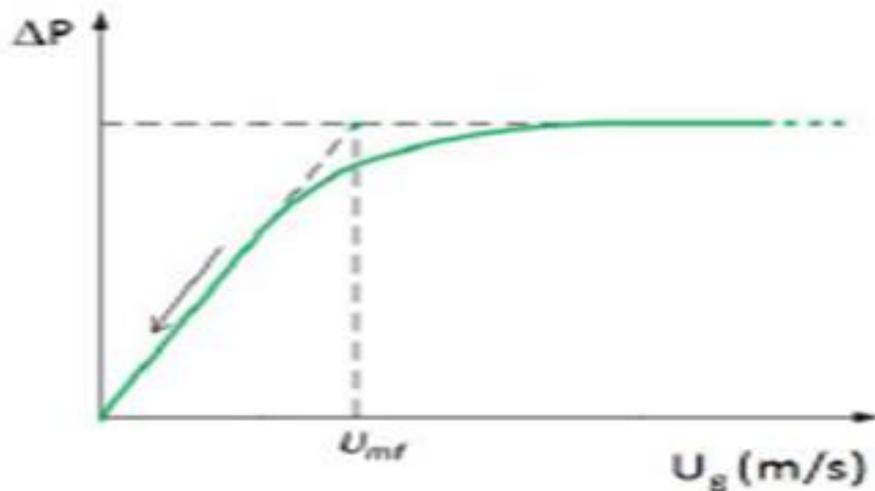


Figure 13 : méthode de détermination de  $U_{mf}$

**Quatrième Partie : Partie expérimentale ;  
étude de la conformité des engrais MAP par  
l'application de la méthode MSP (Maîtrise  
statistiques des procédés)**

## **Introduction**

L'objectif de ce travail a pour finalité de faire une étude préliminaire des effets d'un système de refroidissement dans le procédé de fabrication du Mono-ammonium phosphate (MAP) sur la qualité du produit fini, pour savoir la cause de la prise en masse dans le stockage des engrais MAP.

La plupart des engrais ont tendance à former des agglomérats (prise en masse) pendant le stockage. Cette prise en masse s'effectue généralement par : la composition chimique, la structure des particules, les propriétés hygroscopiques de la teneur en humidité, la résistance mécanique, la température du produit, et la durée de stockage.

Pour savoir à quelle limite la prise en masse va effectuer dans le hall de stockage des engrais MAP, on va suivre les analyses physico-chimiques suivantes :

- Granulométrie
- Taux d'humidité %H<sub>2</sub>O broyé
- Taux d'azote %N<sub>2</sub>
- Taux d'anhydride de phosphate %P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>
- La température du produit fini

### **I. Les analyses effectuées au sien du laboratoire local**

Au cours de 15 jours, nous avons suivi les mesures quotidiennes des paramètres Granulométrie, taux P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, taux D'azote, l'humidité et la température du produit fini MAP. Au sein de laboratoire local de la ligne 306. Pour s'assurer de la qualité des mesures, il faut vérifier paravent si les procédés utilisés sont sous contrôle statistique ou non et dans ce but le traçage des cartes de contrôle est important.

#### **i. Analyses physiques**

##### **a. Granulométrie**

L'analyse granulométrie consiste à déterminer la composition granulométrique de la matière en la divisant en tanche granulométrique. Ces classes sont fixées dès que le choix de la série tamis a été adopté. Elle peut être réalisé au niveau du laboratoire selon deux voies :

- voie directe : réalisée à l'aide des tamis c'est l'exemple de mon sujet.
- voie indirecte : basé sur les phénomènes régis par les lois du mouvement d'une particule fluide.

Le principe repose par à la détermination des dimensions des grains des produits finis par tamisage.

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

➤ **Quartage :**

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

A l'aide d'un diviseur à riffles on divise l'échantillon des engrais jusqu'à ce qu'on obtient environ le 1/4 du l'échantillon de masse (m) puis on commence l'analyse granulométrique.

➤ **Tamisage :**

Le tamisage sert à déterminer la dimension des grains du produit fini. On pose la masse  $m_1$  sur une série de tamis et on secoue à l'aide d'un pilon métallique, puis on pèse la masse contenue dans chaque tamis d'une façon cumulé.

Remarque : les dimensions de chaque tamis sont :

1<sup>er</sup> tamis  $\geq 6.3\text{mm}$  ; 2<sup>ème</sup> tamis  $\geq 4.75\text{mm}$  ; 3<sup>ème</sup> tamis  $\geq 4\text{mm}$  ; 4<sup>ème</sup> tamis  $\geq 3.15\text{mm}$  ;

5<sup>ème</sup> tamis  $\geq 2.5\text{mm}$  ; 6<sup>ème</sup> tamis  $\geq 2\text{mm}$  ; 7<sup>ème</sup> tamis  $\geq 1\text{mm}$

**Expression des résultats :**       $\% \text{ refus} = (m_i \times 100) / P.E$

Avec PE prise d'essais,  $m_i$  masse de refus pour le tamis i.



**Série de tamis**



**Diviseur à riffles**

**b. Taux de l'humidité %H<sub>2</sub>O**

L'humidité c'est l'une des paramètres importants dans le contrôle de qualité du MAP, elle peut provoquer la prise en masse au stockage, et influencer ainsi sur la granulométrie, l'enrobage et la composition chimique du MAP. Dans ce cas, il est important de réduire le taux d'humidité jusqu'à 1% selon la norme.

La mesure du pourcentage d'humidité d'un produit par est déterminé la différence de pesés avant et après évaporation de l'eau libre dans un dessiccateur à infrarouge.

➤ **Mode opératoire**

- Peser 10g de produit broyé.
- Etaler le produit sur toute la surface de la coupelle.

- Abaisser le dessiccateur.
- Régler le thermostat sur la position appropriée  $T^{\circ} = 75^{\circ}\text{C}$  pour MAP.
- Mettre l'appareil en marche.

**Expression des résultats :** 
$$\% \text{H}_2\text{O} = \frac{PE - PF}{PE} \times 100$$

Avec PE prise d'essais initial et PF prise d'essais final



**Dessiccateur**

### **c. Température**

La température a une influence sur la qualité du produit MAP, dans la mesure où elle augmente la tendance à la prise en masse par la condensation de la vapeur d'air avec le produit. Elle peut également agir sur la qualité d'enrobage en empêchant l'huile de bien se coller aux grains.

Après le prélèvement de produit la mesure de la température s'effectue sur le terrain à l'aide d'un thermomètre.

### **ii. Analyses chimiques**

#### **a. Analyse du taux $\% \text{P}_2\text{O}_5$ par la méthode volumétrique**

##### **➤ Principe**

Après digestion à l'aide d'acide, la solution d'échantillon est neutralisée avec de la soude jusqu'à obtention du dihydrogénophosphate de sodium ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ). Un excès de nitrate de lanthane est alors ajouté, l'acide nitrique ainsi libéré est alors titré par la soude ( $\text{NaOH}$  0.1N).

##### **➤ Mode opératoire**

- Peser environ 1g du produit fini broyé à l'aide d'un broyeur.
- On le met dans un erlenmeyer et on ajoute 30 ml d'acide sulfurique 50g/l.
- On met le mélange sur la plaque jusqu'à point d'ébullition.
- Par la suite on le met dans une fiole de 500 ml et on jauge avec l'eau distillée.

- On pipete 25 ml du mélange qu'on met dans un erlenmeyer et on ajoute 2 gouttes de Vert de Bromocrisol et on dose par NaOH 0.1N jusqu'à apparition d'une coloration vert pomme.
- puis on ajoute 30 ml de nitrate de lanthane  $\text{La}(\text{NO}_3)_3$  et 2 gouttes de Tashéro, et on dose par NaOH 0,1N jusqu'à apparition d'une coloration bleu ciel.

Taux de  $\text{P}_2\text{O}_5$  dans le MAP se déterminé par la formule suivante :  $\% \text{P}_2\text{O}_5 = 7.1 * \frac{V_b}{PE}$

Avec  $V_b$  tombée de la burette. La demonstration de cette relation en annexe 1.

### **b. Analyse du taux d'azote par la méthode de kjeldahl**

#### ➤ **Principe**

On procède à une distillation de l'ammoniac après déplacement par une solution alcaline, absorption dans un excès de solution titré d'acide sulfurique et titrage en retour avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de l'indicateur tashero.

#### ➤ **Appareillage**

- Appareil de distillation BUCHI
- Erlenmeyer de capacité 500ml
- Burette de capacité 50 ml
- Pipette à un trait de capacité 50ml
- Matras



**Distillation BUCHI**

#### ➤ **Mode opératoire**

Dans une Matras on met environ 0.7 g du produit fini puis on la place dans l'appareil de distillation, en parallèle on prépare une solution contenant 50 ml de NaOH (0.2N) et 2 gouttes de l'indicateur coloré Tashéro. On démarre la machine de distillation. Par la suite on prend le distillat et on le dose par NaOH (0.1N) jusqu'à disparition de la coloration violette.

**Expression des résultats :**  $\% \text{N}_2 = \frac{(50 - V_b/2) * 0.28}{PE}$

Avec  $V_b$  tombée de la burette. La demonstration de cette relation en annexe 1.

## II. Maîtrise Statistique des Procédés MSP

La norme française AFNOR X06030 définit la Maîtrise Statistique des procédés comme suit :

- La MSP est un ensemble d'actions pour évaluer, régler et maintenir un procédé de production en état de fabriquer tous ses produits conformes aux spécifications retenues et surtout avec des caractéristiques stables dans le temps.
- La MSP est un des éléments dynamiques du système qualité, et à ce titre, concourt à l'amélioration permanente de la production.
- La MSP ne se limite pas à l'établissement de cartes de contrôle et à leur exploitation pour régler des machines et maîtriser un procédé, comme on le pense souvent, mais c'est une suite d'analyses qui comprennent : une réflexion sur le procédé, l'identification des caractéristiques significatives de ce procédés, du produit et des tolérances nécessaires, la validation de l'outil de production et de son aptitude à fournir ce qu'on attend de lui, et enfin la mise en place de cartes de contrôle.
- La MSP est une méthode préventive qui vise à amener le procédé au niveau de qualité requis et à l'y maintenir grâce à un système de surveillance qui permet de réagir rapidement et efficacement à toute dérive, en évitant ainsi la production massive de non conforme.

### i. Pourquoi la MSP en fabrication

La garantie d'une productivité d'une production de qualité régulière dans le temps impose à la fois :

- Mettre à la disposition des opérations, des outils conduisant à une meilleure maîtrise de la qualité du produit ; performances du produit, productivité, rendement, sécurité, environnement
- Susciter une réflexion permanente de l'encadrement sur les sources de variance du procédé et sur les actions susceptibles de les réduire.

Pour conclure, la MSP englobe les outils et les méthodes pour cerner ces causes de variabilité :

- Les outils MSP sont fondés essentiellement sur les statistiques et dont les plus important sont : la carte de contrôle, l'histogramme, la capacité...etc.
- Il existe plusieurs méthodes nécessaires à la mise en œuvre de la MSP tels que : l'AMDEC, le diagramme cause-effet, les plans d'expériences, le graphique Pareto...etc.

## ii. Cartes de contrôle

### ➤ Définition

Une carte de contrôle est un outil permettant de déterminer le moment où apparaît la cause assignable entraînant la dérive. Ainsi, le processus sera arrêté au bon moment, c'est-à-dire avant qu'il ne produise des mesures non conformes (hors de l'intervalle de Tolérance).

Les cartes de contrôle les plus utilisées sont les cartes de contrôle par mesure de la moyenne et de l'étendue. Ces cartes sont établies ensemble et interprétées ensemble. En effet, la distribution des résultats modélisée par une loi normale est caractérisée par la moyenne et la dispersion (écart type).

### ➤ Buts et bénéfices

Elles permettent d'avoir une image du déroulement du processus de fabrication et d'intervenir rapidement et à bon escient sur celui-ci.

### ➤ Données de base

La carte de contrôle de la moyenne, ou  $\bar{X}$  est constitué d'une ligne centrale correspondant à la valeur  $LC=\mu$  (moyenne des moyenne ( $\bar{X}$ )), et deux lignes de contrôle correspondant respectivement aux limites supérieurs (LSC) et limites inférieure (LIC) ;

$LSC = \mu + A_2 R_{\bar{X}}$  et  $LIC = \mu - A_2 R_{\bar{X}}$ ,  $R(\text{étendue}) = X_{\max} - X_{\min}$  ;  $R_{\bar{X}} = \frac{1}{m} \sum R_i$  (avec m taille d'échantillon et  $A_2 = 0.223$  coefficient dépend de nombre d'échantillon).

## III. Résultats et interprétation

Après avoir obtenu le résultat d'analyse du produit fini MAP et effectué le suivi de ce dernier dans la ligne 306 pendant 15 jour, dont 3 échantillons ont été mesurés quotidiennement. Nous avons effectué des calculs statistiques tels que la moyenne et l'étendue, pour vérifier la normalité du processus et pour vérifier sur le contrôle de procédé.

Ce chapitre comportera les tableaux contenant les résultats d'analyse ainsi que les tests de normalité pour la vérification de loi normal, et les cartes de contrôle.

### i. Résultats de la granulométrie du MAP

Le tableau ci-dessous présente les résultats de contrôle de la granulométrie de la Ligne 306 :

**Tableau 1 : Résultats d'analyse granulométrie du produit fini**

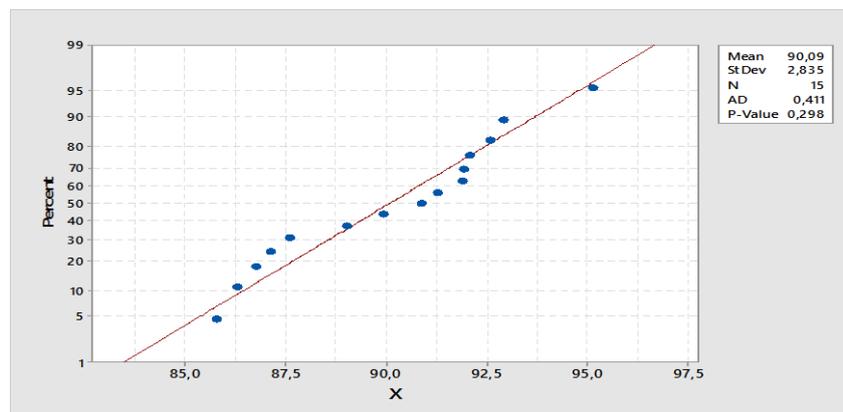
Jours	X1	X2	X3	X bar	R
01/04/2019	94,7	91	90	91,9	4,7
02/04/2019	89,2	94,6	88,9	90,9	5,7
03/04/2019	94,8	94,1	96,5	95,13333	2,4
04/04/2019	94,9	87,5	93,9	92,1	7,4
05/04/2019	83,2	88,6	88,5	86,76667	5,4
06/04/2019	91,1	86,3	85,4	87,6	5,7
07/04/2019	91,8	92,8	94,2	92,93333	2,4
08/04/2019	78,9	91,8	86,7	85,8	12,9
09/04/2019	95,8	76,1	95,2	89,03333	19,7
10/04/2019	93,1	88,8	92	91,3	4,3
11/04/2019	85,8	93,4	90,6	89,93333	7,6
12/04/2019	91,5	94	92,3	92,6	2,5
13/04/2019	79,3	90,8	91,3	87,13333	12
14/04/2019	93,9	92,8	89,1	91,93333	4,8
15/04/2019	83,9	86,3	88,7	86,3	4,8
				$\bar{x} = 90,09111$	$\bar{R} = 6,82$

#### ➤ Vérification de la loi normale

Pour la vérification de la normalité d'une distribution, on utilise le **MINITAB17.D** après le test de normalité **ANDERSON-DARLING**.

- L'hypothèse H0 : suit une loi normale c'est-à-dire la **P-value** supérieure à 0.05
- L'hypothèse H1 : ne suit pas une loi normale c'est-à-dire la **P-value** inférieur à 0.05

Après le traçage les cartes contrôles, il faut vérifiée que les données ils sont suit une loi normale.

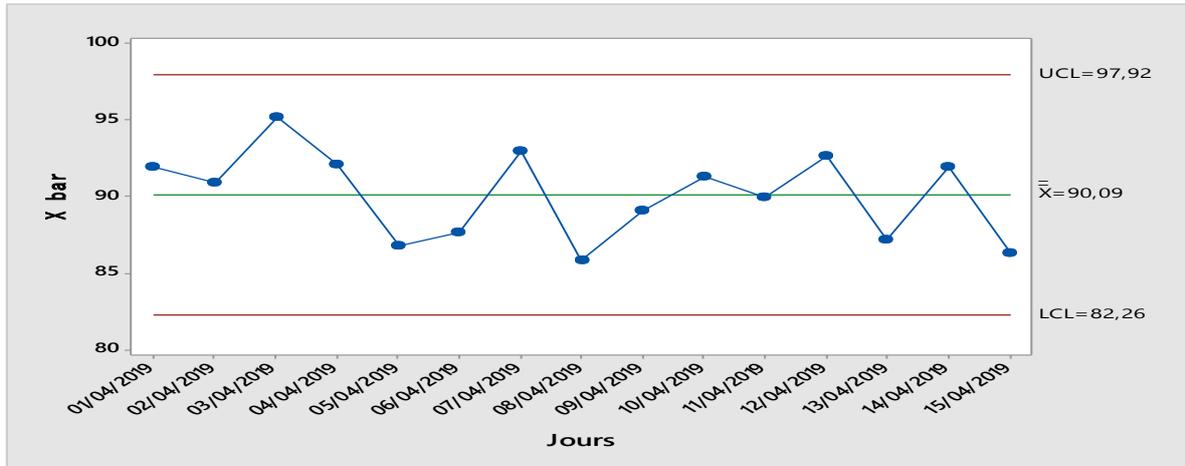


**Figure 14 : Variation de la granulométrie**

Puisque tous les points suivent le mieux possible à la droite, et P-value supérieur à 0.05 nous pouvons conclure que la distribution de la mesure de la granulométrie au niveau de la ligne 306 suit une loi normale.

➤ **Carte de contrôle de la granulométrie**

Le figure 15, représente la carte contrôle de la moyenne de la granulométrie.



**Figure 15 : Carte contrôle de la granulométrie**

**Interprétation**

Cette procédure crée de graphique X-Bar, est conçue pour vous permettre de déterminer si les données proviennent d'un processus qui est dans un état de contrôle statistique. La carte de contrôle est construite sous l'hypothèse que les données proviennent d'une distribution normale avec une moyenne égale à 90,09. Sur le graphe, aucun point, n'est hors des limites de contrôle, donc on peut déclarer que le procédé est maîtrisé.

**ii. Résultats de taux P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>**

Le tableau ci-dessous regroupe les résultats obtenus :

**Tableau 2 : Résultats d'analyse de taux P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>**

Jours	X1	X2	X3	X bar	R
01/04/2019	52,18	52,21	52,49	52,29333	0,31
02/04/2019	52,18	52,85	53,25	52,76	1,07
03/04/2019	52,18	52,89	52,89	52,65333	0,71
04/04/2019	52,58	52,9	51,83	52,43667	1,07
05/04/2019	53,22	52,79	52,9	52,97	0,43
06/04/2019	51,83	52,54	52,85	52,40667	1,02
07/04/2019	52,89	52,18	52,89	52,65333	0,71
08/04/2019	51,71	51,89	52,22	51,94	0,51
09/04/2019	52,54	52,72	52,19	52,48333	0,53
10/04/2019	52,96	53,25	53,19	53,13333	0,29
11/04/2019	53,25	52,18	51,83	52,42	1,42
12/04/2019	51,83	52,18	52,54	52,18333	0,71
13/04/2019	52,4	52,18	52,54	52,37333	0,36
14/04/2019	52,86	52,54	52,19	52,53	0,67
15/04/2019	52,18	52,54	52,19	52,30333	0,36
				$\bar{x} = 52,503$	$\bar{R} = 0,678$

### ➤ Vérification de la loi normale

Pour mettre en œuvre le contrôle par mesure il faut connaître tout d'abord la loi que suit le caractère contrôlé (%P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) qui est généralement loi normale.

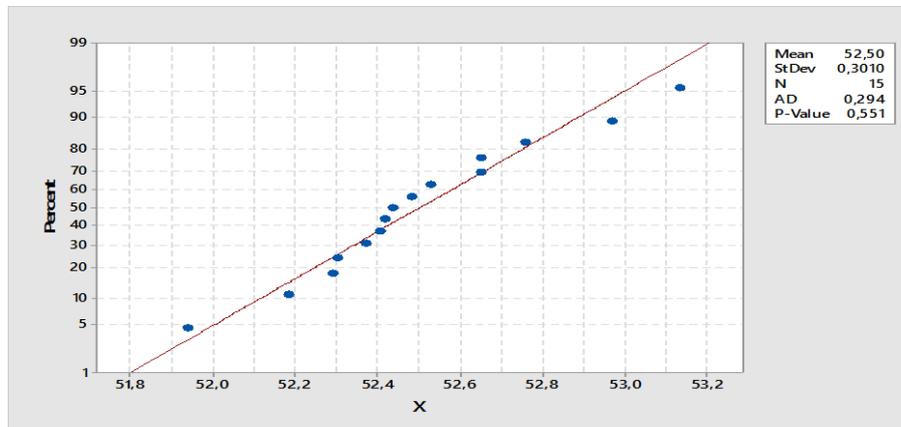


Figure 16 : Variation de taux P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

D'après la figure ci-dessus, la P-value supérieur à 0.05, donc la distribution du taux de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> suit une loi normale.

### ➤ Carte contrôle de taux P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

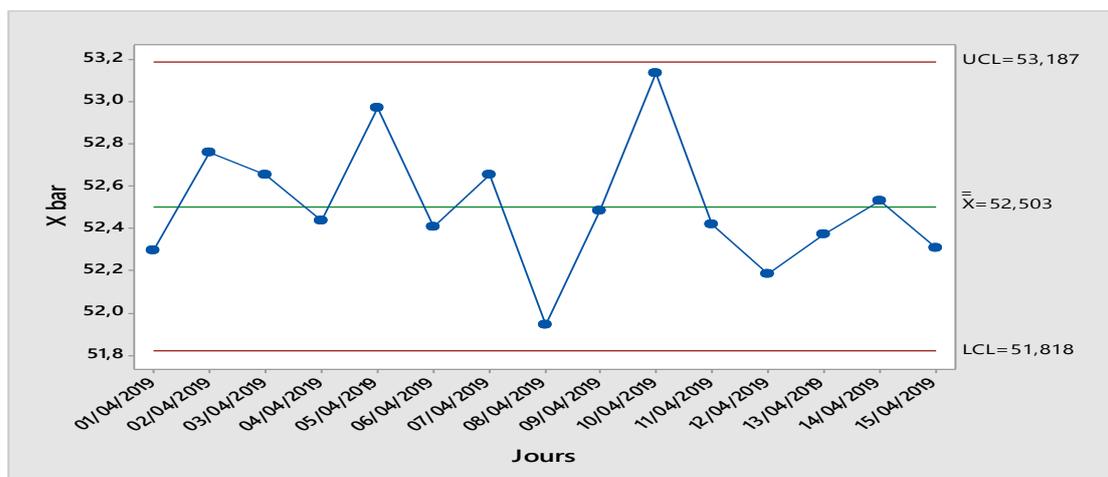


Figure 17 : Carte contrôle de taux P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

### Interprétation

La carte de contrôle ci-dessus est représenté du graphique X-Bar. Elle est construite sous l'hypothèse que les données proviennent d'une distribution normale avec une moyenne de moyenne égale à 52.503.

On a tous les points sont situés entre limites de contrôle, alors on peut déclarer que le processus est maîtrisé.

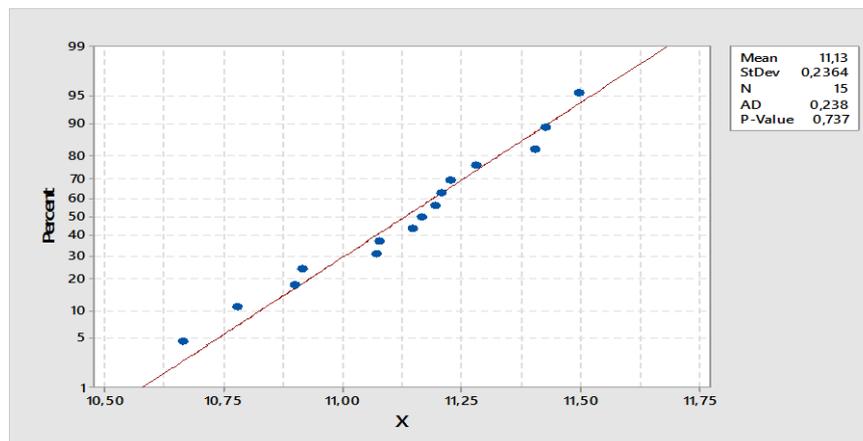
### iii. Résultats de taux d'azote

Le résultat exprimé en tableau ci-dessous :

**Tableau 3 : Résultats d'analyse de taux d'azote**

Jours	X1	X2	X3	X bar	R
01/04/2019	11,02	10,98	10,75	10,91667	0,27
02/04/2019	11,5	11,26	11,45	11,40333	0,24
03/04/2019	11,25	11,1	11,23	11,19333	0,15
04/04/2019	11	11,15	11,08	11,07667	0,15
05/04/2019	10,6	10,86	11,24	10,9	0,64
06/04/2019	11,18	11,6	10,9	11,22667	0,7
07/04/2019	10,98	11,23	11	11,07	0,25
08/04/2019	11,51	11,39	10,94	11,28	0,57
09/04/2019	11,22	11,04	11,24	11,16667	0,2
10/04/2019	11,47	11,49	11,32	11,42667	0,17
11/04/2019	10,64	10,8	10,9	10,78	0,26
12/04/2019	11,47	11,74	11,28	11,49667	0,46
13/04/2019	10,73	11,44	11,27	11,14667	0,71
14/04/2019	11,23	11,15	11,24	11,20667	0,09
15/04/2019	10,64	10,66	10,7	10,66667	0,06
				$\bar{x} = 11,13044$	$\bar{R} = 0,328$

#### ➤ Vérification de la loi normale



**Figure 18 : Variation de taux d'azote**

D'après la figure ci-dessus, la P-value supérieur à 0.05, donc la distribution du taux d'azote semble suivre une loi normale.

➤ Carte contrôle de taux d'azote

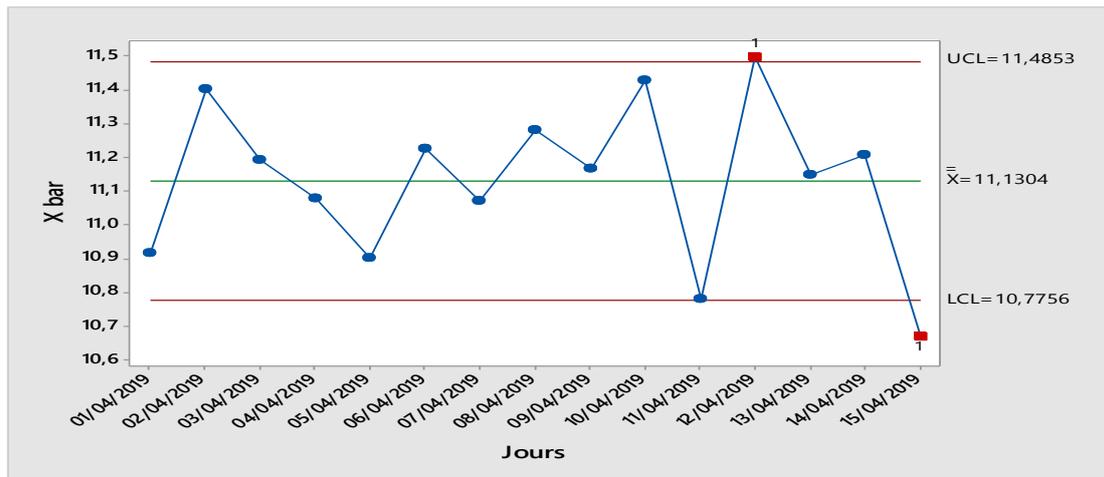


Figure 19 : Carte contrôle de taux d'azote

**Interprétation**

Sur la carte de contrôle ci-dessus créée des graphiques X-Bar, on a 2 points situés au-delà des limites de contrôle, alors on peut déclarer que le processus n'est pas maîtrisé.

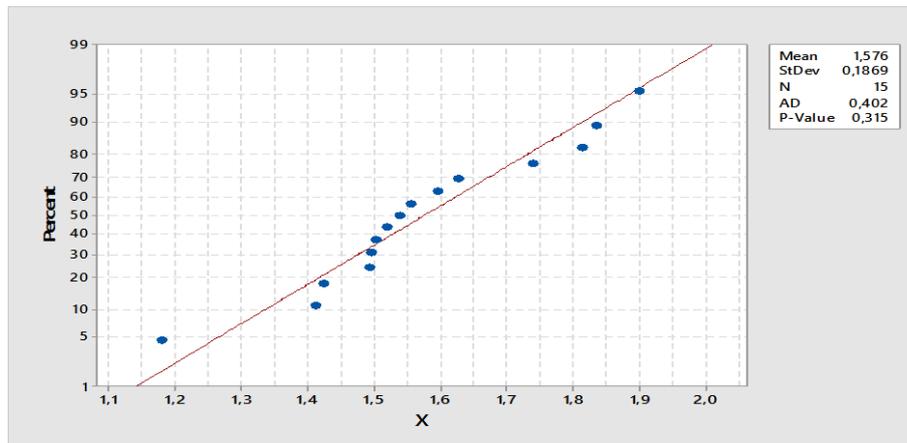
**iv. Résultats de taux d'humidité %H<sub>2</sub>O**

Le résultat présente sur le tableau ci-dessous :

Tableau 4 : Résultats d'analyse de taux d'humidité

Jours	X1	X2	X3	X bar	R
01/04/2019	1,47	1,5	1,51	1,493333	0,04
02/04/2019	1,5	1,35	1,42	1,423333	0,15
03/04/2019	1,44	1,32	1,48	1,413333	0,16
04/04/2019	1,54	1,5	1,63	1,556667	0,13
05/04/2019	1,41	1,45	1,7	1,52	0,29
06/04/2019	1,74	1,55	1,59	1,626667	0,19
07/04/2019	1,37	1,51	1,63	1,503333	0,26
08/04/2019	1,71	1,84	1,96	1,836667	0,25
09/04/2019	1,81	1,79	1,62	1,74	0,19
10/04/2019	1,52	1,61	1,66	1,596667	0,14
11/04/2019	1,83	1,97	1,9	1,9	0,14
12/04/2019	1,46	1,49	1,54	1,496667	0,08
13/04/2019	1,48	1,62	1,52	1,54	0,14
14/04/2019	1,2	1	1,34	1,18	0,34
15/04/2019	1,68	1,8	1,96	1,813333	0,28
				$\bar{\bar{x}} = 1,55$	$\bar{R} = 0,195$

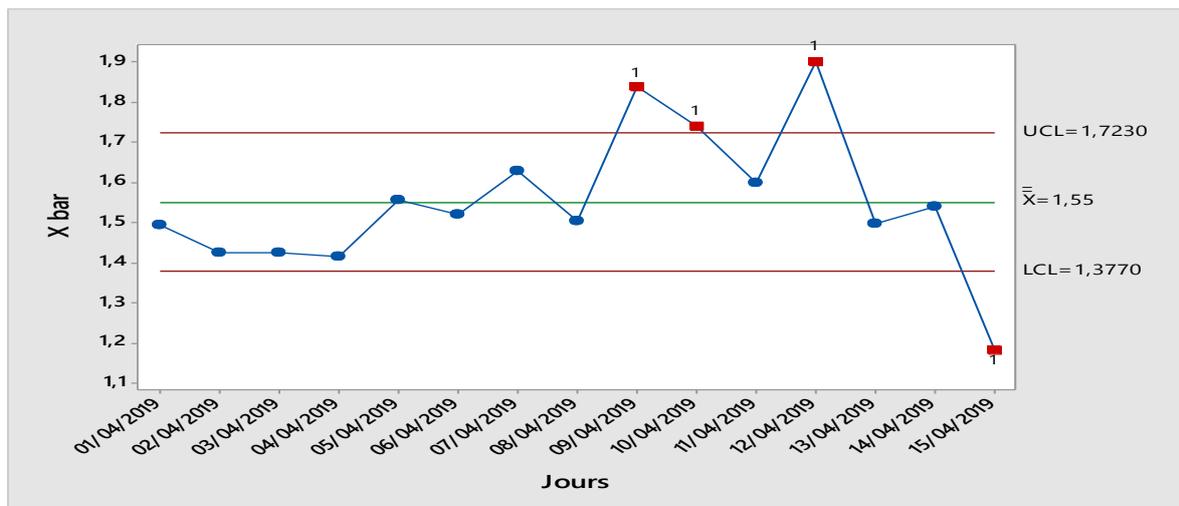
➤ **Vérification de la loi normale**



**Figure 20 : Variation de taux d'humidité**

D'après la figure ci-dessus, tous les points ont plus proche à la droite darling et P-value supérieure à 0.05, donc la distribution de taux d'azote suit une loi normale.

➤ **Carte contrôle de taux d'humidité**



**Figure 21 : Carte contrôle de taux d'humidité**

**Interprétation**

Les 15 points sur la carte, 4 sont au-delà des limites de contrôle sur le graphe. Ceci pourrait indiquer la présence de causes assignable, avec une dispersion variable des points, donc on ne peut pas dire que le procédé est maîtrisé. Il faut identifier les erreurs et les éliminer.

## v. Résultats de la température

Tableau 5 : Resultats de la temperature de produit fini

Jours	X (moyenne de jour)
01/04/2019	72,2
02/04/2019	70,06
03/04/2019	69,5
04/04/2019	63,5
05/04/2019	67
06/04/2019	60,63
07/04/2019	72,23
08/04/2019	63,76
09/04/2019	67,8
10/04/2019	73,4
11/04/2019	71,5
12/04/2019	62,2
13/04/2019	69,5
14/04/2019	64
15/04/2019	70,86

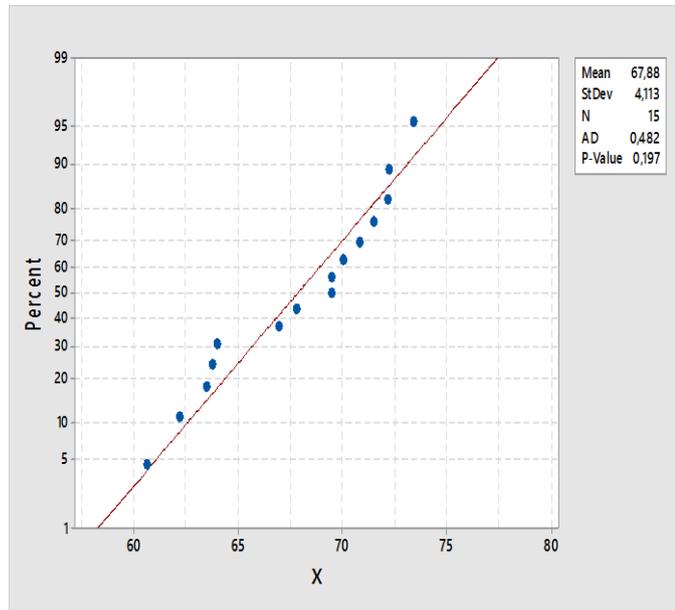


Figure 22 : Variation de la température

La figure 22, représente la normalité de la température de produit fini, on constate que tous les points ont plus proche à la droite darling et P-value supérieure à 0.05, donc la distribution de température suit une loi normale.

### ➤ Variation de la température

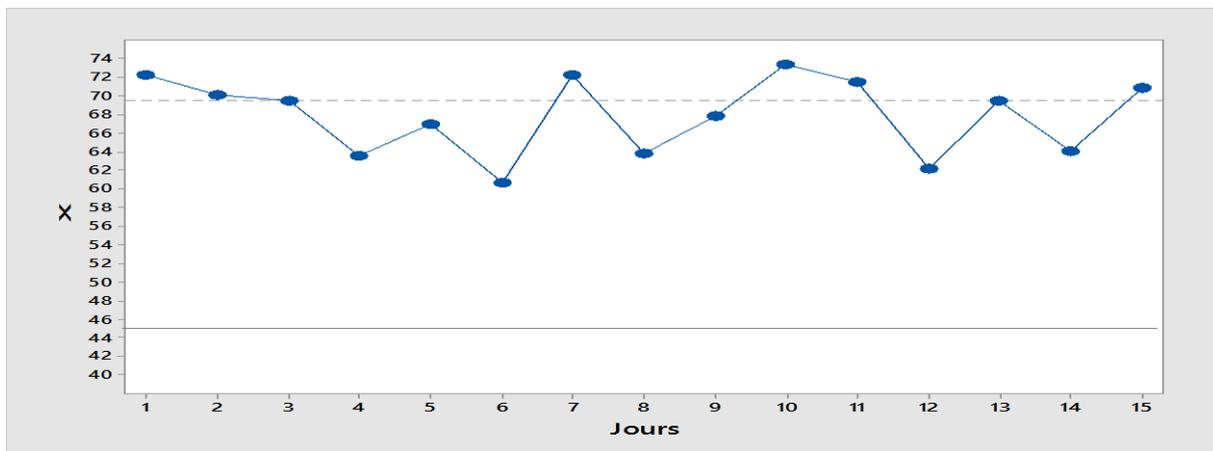


Figure 23 : Variation de la température

L'analyse de ce graphe montre que les températures du produit fini restent supérieures à la valeur optimale dans la norme 45°C, ceci veut dire que le contact du MAP chaud avec l'air humide permet d'avoir une condensation d'humidité au stockage.

La température représente donc l'une des causes assignables conduisant à la prise en masse du MAP. Par conséquent, il faut identifier les erreurs du procédé et les éliminer.

## Conclusion

Grâce à cette étude, nous avons pu déterminer que la conformité et la qualité de produit MAP, dépendent de trois causes assignables : la température de produit fini élevé, l'humidité, et le taux d'azote.

## IV. Mise en contexte de l'étude : La problématique de la prise en masse

D'une façon générale, l'analyse des problèmes vient comme point de départ dans la résolution des problèmes. La démarche qui sera suivie dans cette étude repose sur l'esprit de la méthode OCP Production System " (OPS), un système complet destiné à améliorer la productivité et les performances de l'entreprise.

Comme cela a été annoncé précédemment, l'étude part du constat selon lequel le lit fluidisé du refroidissement est indisponible. À partir de là, la démarche reposera sur trois étapes : l'identification du problème, la compréhension du fonctionnement normal pour établir une relation de cause à effet (**Ichikawa**), et enfin l'analyse des causes racines (**Méthode RCA**).

### i. Problème de la prise en masse

Le lit fluidisé du refroidissement a un impact qualitatif sur le produit final. En effet, avec l'enrobage du produit, le refroidissement réduit, voire empêche la prise en masse du produit lors de son stockage.

Concrètement, le refroidissement du produit permet d'augmenter son humidité critique relative, et donc réduire la quantité d'humidité dans le milieu environnant susceptible d'être absorbée par le produit.

#### a. Identification du problème

Pour identifier clairement et objectivement le problème, l'outil QQQQCP sera utilisé. Cet outil repose sur 5 questions : **Quoi ? Quand ? Où ? Qui ? et Comment ?** Toutes ces questions peuvent se combiner avec la question "**Pourquoi ?**", soit pour chercher les causes, soit pour indiquer les raisons, soit pour expliquer les intentions.

Quoi ?	C'est quoi le problème
Quand ?	Quand apparaît le problème
Où ?	Où apparaît le problème
Qui ?	Qui est concerné par le problème
Comment ?	Comment mesurer le problème et ses solutions
Pourquoi ?	Pourquoi il faut résoudre le problème

L'analyse à travers l'outil QQQQCP a donné les réponses suivantes :

- **Quoi ?**

La prise en masse du produit fini (MAP) dans le hall du stockage.

- **Quand ?**

Le problème apparaît, au moment de la vente du produit.

- **Où ?**

Le problème a lieu au niveau du hall du stockage de la ligne 306 de l'atelier engrais du complexe JFC V.

- **Qui ?**

Les équipes concernées par le problème sont les équipes gestion du stockage.

- **Comment ?**

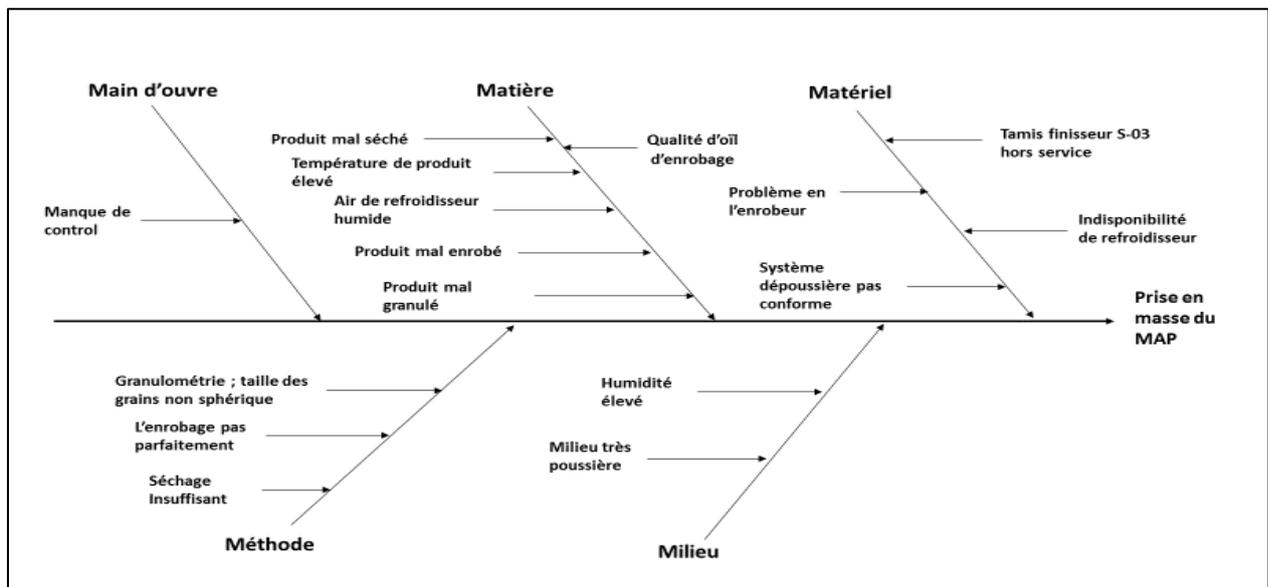
Suivre les analyses physico-chimiques du produit fini et proposer des actions correctives.

- **Pourquoi ?**

Eviter le manque à gagner

**b. Diagramme d'Ishikawa**

Le diagramme d'Ishikawa, également appelé 5M ou diagramme de causes et effet, est un outil qui représente de façon graphique les causes aboutissant à un effet. Ce diagramme se structure habituellement autour de cinq aspects différents : Matière, Matériel, Méthode, Main d'œuvre et Milieu.



**Figure 24 : Diagramme cause-effet sur la prise en masse (Ishikawa)**

Une première analyse du diagramme d'Ishikawa obtenu montre que le problème de la prise en masse découle principalement des problèmes aux niveaux du matériels et des matières.

### **c. Analyse des causes racines (RCA)**

L'analyse des causes racines permet de résoudre en profondeur le problème en agissant directement et définitivement sur les causes racines du problème.

Comme cela a été annoncé précédemment, les analyses du produit fini et le diagramme d'Ishikawa montre que l'indisponibilité du refroidisseur est l'une des causes de la prise en masse.

#### **c.1. Problème de l'indisponibilité de refroidisseur**

Au cours des 4 mois de stage, la discussion avec les agents dans la ligne 306, nous a permis de découvrir que le problème majeur de la prise en masse dépend de l'indisponibilité de refroidisseur.

Ceci nous a poussé à réaliser une analyse AMDEC sur le refroidisseur afin de résoudre ce problème.

##### **i. Identification du problème**

###### **• Quoi ?**

Le refroidisseur à lit fluidisé est à l'arrêt, il y'a des difficultés d'écoulement du produit à travers le refroidisseur.

###### **• Quand ?**

L'absence d'historique relatif au refroidisseur pose des difficultés pour déterminer depuis quand il est à l'arrêt.

###### **• Où ?**

Le problème a lieu au niveau du refroidisseur à lit fluidisé de la ligne 306 de l'atelier engrais du complexe JFC V. Ainsi, il semblerait que tout équipement ayant un lien avec le refroidisseur est indisponible.

###### **• Qui ?**

Les équipes concernées par le problème sont les équipes de production et de maintenance.

###### **• Comment ?**

Pour mesurer ce problème, nous avons fait une séance de brainstorming à la salle de réunion de l'entité JFC5 le 10/05/2019 avec la présence du chef de production du MAP (M. Hrar) et le chef d'entité (M. NEDJAR) ainsi que d'autres personnes.

###### **• Pourquoi ?**

Eviter la prise en masse

## ii. Diagramme d'Ishikawa

La construction du diagramme d'Ishikawa relatif à l'indisponibilité du lit fluidisé de refroidissement a été le résultat d'un travail en groupe avec l'équipe production de la ligne 306.

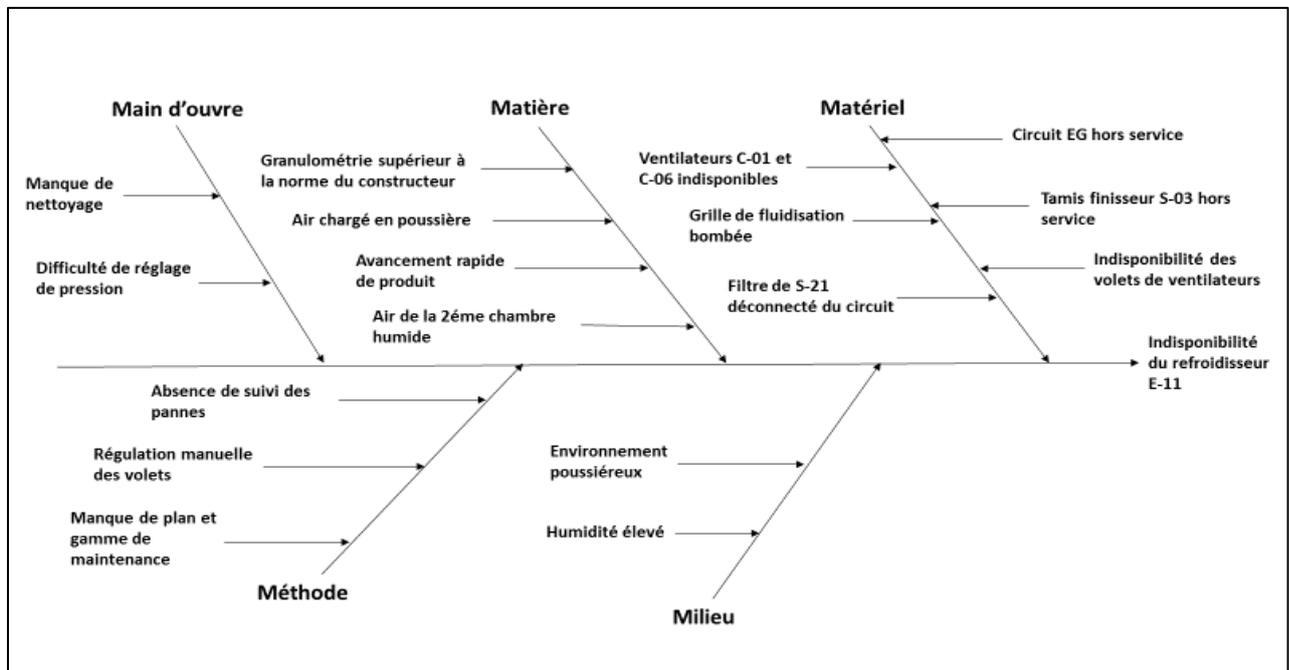


Figure 25 : Diagramme cause-effet sur l'indisponibilité de refroidisseur

Une première analyse du diagramme d'Ishikawa obtenu montre que l'indisponibilité du lit fluidisé découle principalement de problèmes au niveau du matériels, méthodes et de matières.

## iii. Théorie AMDEC (Analyse des modes de défaillance, de leurs effets et leurs criticités)

La méthode AMDEC consiste à identifier les défaillances de mauvais fonctionnement d'une machine puis à en chercher les effets et les conséquences. Elle fait ressortir les points faibles d'un équipement et permet de poser des actions correctives justifiées. On peut aussi voir quels sont les équipements critiques d'un système donné qui fera l'objet d'un programme de maintenance approprié.

Le but premier de L'AMDEC est de maîtriser les défaillances, ce qui permet par la suite de garantir une fiabilité, une maintenabilité, une disponibilité et une sécurité convenable.

### a. Terminologie

#### ✓Défaillance :

D'après la norme AFNOR, une défaillance est la cessation de l'aptitude d'un élément à accomplir une fonction requise.

#### ✓Mode de défaillance

Le mode de défaillance est la manière dont le système peut s'arrêter de fonctionner ou fonctionner anormalement. Le mode de défaillance est relatif à chaque fonction de chaque élément. Il s'exprime en termes physiques.

Exemples : rupture, coupure d'électricité, coincement, fuite...

✓ **Cause de défaillance :**

Une cause de défaillance est l'anomalie initiale pouvant conduire à la défaillance, par l'intermédiaire du mode de défaillance. La cause de défaillance d'un élément peut être interne ou externe à celui-ci. À un mode de défaillance peuvent correspondre plusieurs causes et réciproquement.

✓ **Effet de défaillance :**

L'effet d'une défaillance est, par définition une conséquence subie par l'utilisateur. Un même mode de défaillance peut engendrer plusieurs effets simultanés qui peuvent cumuler et s'enchaîner. De même, plusieurs modes peuvent avoir le même effet.

(Exemple : arrêt de production)

✓ **Détection :**

La détection est un paramètre physique pouvant être observé, détecté ou mesuré de manière précoce et traduisant l'apparition, la propagation ou l'évolution d'un mécanisme de défaillance.

✓ **Indice de Non Détection « ND » :**

Il représente la probabilité que la cause de défaillance supposée apparue atteigne l'utilisateur. La probabilité de non détection dépend d'une part de l'existence d'une anomalie observable de manière suffisamment précoce et d'autre part des moyens de détections mis en œuvre au moment de l'étude.

✓ **Indice de Fréquence « F » :**

Il représente le risque que la cause potentielle de défaillance survienne et qu'elle entraîne le mode potentiel de défaillance considéré. De ce fait, la notion de fréquence est relative à une combinaison cause mode. Finalement, la fréquence s'exprime par le nombre de défaillances de l'élément sur une période donnée.

✓ **Indice de Gravité « G » :**

Il se réfère à la gravité (ou sévérité) de l'effet de chaque défaillance, tel que ressenti par l'utilisateur. Ainsi, la notion de gravité est directement liée à l'effet de la défaillance. Par ailleurs, la gravité peut s'exprimer sous les divers aspects suivants :

- Taux de disponibilité de la machine ou de la ligne
- Dégradation matérielle du moyen de production

- Non-conformité du produit fabriqué
- Coût de la maintenance
- Sécurité des opérations
- Répercussion sur l'environnement

✓ **Criticité :**

Pour chaque cause de défaillance, le produit des trois indices de fréquence, gravité et non détection est effectué. Le résultat donne l'indice de criticité  $C = F * G * ND$

A noter que la criticité d'une défaillance est associée à chaque combinaison cause mode effet. Enfin la notion de criticité englobe les critères de fréquence, gravité et probabilité de non détection.

**b. Barème de cotation des indices F, G et ND :**

L'évaluation des risques potentiels se traduit par le calcul de la criticité. En effet elle consiste à effectuer au mécanisme de défaillance un niveau de criticité élaboré à partir de trois indices indépendants qui sont la fréquence, la gravité et la probabilité de non détection.

CRITERE: FREQUENCE			CRITERE GRAVITE (durée d'indisponibilité)	
Fréquence très faible	1	Moins de 1 défaillance par an	1	Arrêt < 12 h
Fréquence faible	2	1 défaillance maximum par trimestre	2	12 h < Arrêt < 24 h
Fréquence moyenne	3	1 défaillance maximum par semaine	3	24 h < Arrêt < 1 semaine
Fréquence forte	4	1 défaillance maximum par jour	4	Arrêt > 1 semaine

CRITERE: NON DETECTION	
1	Détection efficace qui permet une action afin de prévenir la défaillance
2	Il y a un risque que la détection ne soit pas efficace
3	Le moyen de détection n'est pas fiable
4	Il n'y a aucun moyen de détection

**Figure 26 : Barème de cotation des indices F, G et ND**

**iv. Applications de la méthode AMDEC sur les équipements critiques**

Equipement : Refroidisseur			Phase de protection			Criticité			
<i>Elément</i>	<i>Fonction</i>	<i>Mode de défaillance</i>	<i>Cause</i>	<i>Effet</i>	<i>Détection</i>	<i>F</i>	<i>G</i>	<i>ND</i>	<i>C</i>
Grille de lit fluidisé	Entrainement de l'air	Encrassement Bouchage	Poussière, l'air aspiré humide	Pas de fluidisation, blocage de produit, Arrêt de production, Prise en masse	Visible	4	2	3	<b>24</b>
Ventilateurs C-01	Refoulement de pression à la 1 <sup>er</sup> chambre	Bouchage de la turbine	L'air contient des poussières	Pression insuffisante pour la fluidisation, mauvais avancement, produit non refroidi	Visible et manuelle	3	1	3	<b>9</b>
Ventilateurs C-02	Refoulement de pression à la 2 <sup>ème</sup> chambre	Bouchage de la turbine	Poussière, l'air aspiré humide, Dysfonctionnement E-01	Produit humide, prise en masse	Visible et manuelle	4	1	3	<b>12</b>
Echangeur E-01	Réduire l'humidité de l'air	Hors circuit	Dysfonctionnement E-02	Air humide, bouchage C-02, pas de refroidissement, prise en masse	Visible	2	1	4	<b>8</b>
Cyclons	Aspiration de poussière	Bouchage	Poussière, L'air humide	Poussière en stockage	Visible	3	2	2	<b>12</b>
Circuit EG	Réduire l'humidité de l'air	Hors sujet, blocage	L'arrêt des échangeurs	L'air humide, humidité de produit élevé, prise en masse	Visible et manuelle	3	3	3	<b>27</b>
Volets	Régulation des pression	Problème au réglage	Ouverture du volet manuel	Débit de pression irrégulière, Pas de fluidisation,	Manuelle	4	2	3	<b>24</b>

### ➤ Résultat d'analyse AMDEC

L'analyse AMDEC montre que les éléments critiques à l'indisponibilité du refroidisseur dans la ligne 306 dépendent de la grille du lit fluidisé, des volets et du circuit EG (figure 26). Donc il est impératif de maîtriser et éliminer ces causes pour avoir un bon résultat de production.

Tableau 6 : Résultats d'AMDEC

Elément	Criticité	%criticité
Grille de lit fluidisé	24	0,206896552
Ventilateurs C-01	9	0,077586207
Ventilateurs C-02	12	0,103448276
Echangeur E-01	8	0,068965517
Cyclons	12	0,103448276
Circuit EG	27	0,232758621
Volets	24	0,206896552
Total	116	1

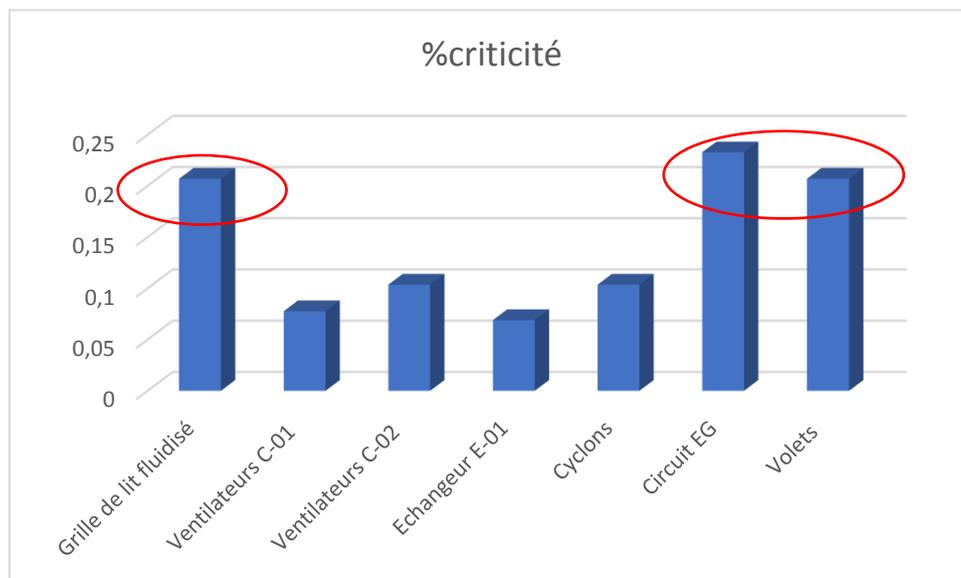


Figure 27 : les équipements critiques

Pour maîtriser ces éléments critiques et leurs effets sur l'indisponibilité du refroidisseur, nous avons fait une analyse de causes racines et proposé des actions correctives.

### c.2. Application de la RCA pour les éléments critiques des équipements du refroidisseur

L'analyse des causes racines (RCA) part du constat qu'il est plus judicieux de traiter les causes profondes d'un problème que d'en traiter les symptômes immédiats. Puis d'analyser les causes d'un problème qui permet d'en déduire la solution définitive, et donc, empêcher qu'il ne se reproduise de nouveau.

#### ➤ Comment réaliser la RCA :

La logique R.C.A consiste à :

- a. Organiser l'identification et l'analyse de la panne du matériel ;
- b. Trouver les faits :
  - Quoi ? ; Où ? ; Quand ? ; Comment ?
- c. Réparer les dommages des équipements ;
- d. Identifier les causes racines de la panne (méthode « 5 Pourquoi »)
- e. Actions préventives et amélioratives pour empêcher que le problème ne se produise :
  - Identifier, Evaluer, Choisir, Exécuter, Faire le suivi

**i. Analyse RCA du bouchage Grille de lit fluidisé**

<b>Date : 20/05/2019</b>	<b>Équipement : Refroidisseur E-11</b>	<b>Défaut : Grille de lit fluidisé bombée</b>
<b>Rapport d'étude :</b> <b>Quoi :</b> Grille du fluidisé bombée <b>Où :</b> Système de refroidissement de la ligne 306 <b>Comment :</b> Chute de pression, l'avancement du produit est anormal <b>Quand :</b> -----		
<b>Analyse des causes racine :</b> <b>Cause 1 Pourquoi ?</b> Bouchage <b>Cause Racine Pourquoi ?</b> Poussière, l'air humide		
<b>Actions préventives :</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Contrôler l'état d'avancement de produit</li> <li>- Nettoyage interne des deux compartiments et de la tôle</li> </ul> <b>Actions amélioratives :</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Changement de la grille</li> <li>- Utiliser un lit fluidisé mobile</li> </ul>		

**ii. Analyse RCA sur la régulation des volets**

<b>Date : 20/05/2019</b>	<b>Équipement : Refroidisseur E-11</b>	<b>Défaut : régulation des volets pas bien</b>
<b>Rapport d'étude :</b> <b>Quoi :</b> ouverture des volets manuellement <b>Où :</b> Système de refroidissement de la ligne 306 <b>Comment :</b> pression insuffisante pour la fluidisation, l'avancement du produit anormal <b>Quand :</b> -----		

**Analyse des causes racine :**

**Cause 1 Pourquoi ?** Régulation

**Cause Racine Pourquoi ?** Operateur, matériel

**Actions apportées aux causes :**

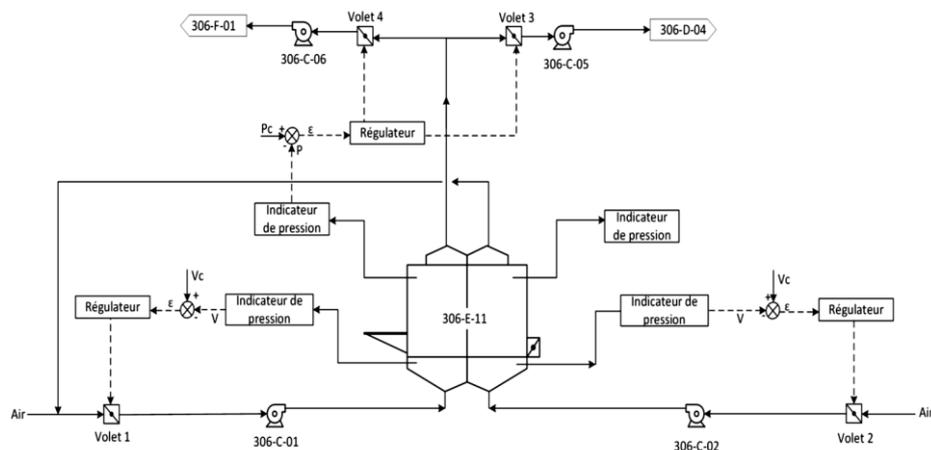
**Actions préventives :**

- Réparer et faire une régulation automatique des volets

**Actions amélioratives :**

- Changement des volets
- Informer les opérateurs aux réglages des volets

La régulation automatique est une solution pour répondre à la complexité manuelle du réglage des volets. La figure 28, représente le principe qui a été proposé pour réguler automatiquement les volets.



**Figure 28 : Schéma de principe de la régulation automatique des volets**

La régulation de la pression au niveau des deux compartiments est plus délicate et nécessite l'intervention de l'opérateur.

Dans le premier compartiment, la mesure de la pression est relevée grâce à un indicateur de pression, et comparée à la consigne. Un régulateur PID agit alors sur les volets 3 et 4 de façon séquentielle. Au niveau du deuxième compartiment, il y a uniquement une mesure de la pression grâce à un indicateur de pression.

A partir de là, deux cas généraux se posent :

Premier cas : Dans le premier compartiment, les volets 3 et 4 sont complètement ouverts mais la pression reste positive dans le premier compartiment. Dans ce cas, l'opérateur doit diminuer graduellement la vitesse de fluidisation jusqu'à avoir une pression négative.

Deuxième cas : Dans le deuxième compartiment, la pression est positive. Dans ce cas, il faut diminuer la vitesse de fluidisation.

### iii. Analyse RCA du l'indisponibilité du circuit EG

<b>Date : 20/05/2019</b>	<b>Équipement : Refroidisseur E-11</b>	<b>Défaut : Circuit EG hors services</b>
<b>Rapport d'étude :</b> <b>Quoi :</b> Circuit EG hors services <b>Où :</b> Système de refroidissement de la ligne 306 <b>Comment :</b> ----- <b>Quand :</b> -----		
<b>Analyse des causes racine :</b> <b>Cause 1 Pourquoi ?</b> fuite dans l'échangeur E-01 <b>Cause Racine Pourquoi ?</b> l'air contient des poussières		
<b>Actions préventives :</b> - Mettre un filtre sur la porte d'échangeur <b>Actions amélioratives :</b> - Installation des nouveaux systèmes de dépoussiérages		

### i. Plan d'action

D'après plusieurs réunions avec le chef et les équipes de production, plusieurs actions ont été faites pour éviter le problème de l'indisponibilité du refroidisseur.

Actions	Délais	Responsables	Etat	Remarque
Nettoyage interne des deux compartiments et de la tôle	Du 22/05 au 26/05/2019	NEDJAR	FAIT	
Nettoyage alentours des aspirations des ventilateurs C01 et C02 et les cyclons	Du 22/05 au 28/05/2019	NEDJAR	FAIT	
Nettoyage alentours du bac d'EG	Du 22/05 au 26/05/2019	NEDJAR	FAIT	
Remise en service des volets automatique des ventilateurs	Du 22/05 au 28/05/2019	BOUNIFLI	C01/C02 en marche	Suite au manque de rechanges des réducteurs des volets
Décoincement des volets des ventilateurs	Du 22/05 au 29/05/2019	EL GADAOUI	FAIT	
Remise en état du volet du produit vers refroidisseur	Le 26/05/2018	EL GADAOUI	FAIT	Reste changement de bras
Extension de la conduite d'aspiration C01			NON FAIT	
Préparation de la conduite	Du 25/05 au 04/06/2019	EL GADAOUI	NON FAIT	
Installation de la nouvelle extension	Semaine de 10/06	EL GADAOUI	NON FAIT	
Démontage et révision de la pompe EG	Du 25/05 au 28/05/2019	EL GADAOUI	FAIT	Reste la manchette d'aspiration et l'essai
Confection de la tôle perforée		EL GADAOUI	NON FAIT	Lancé la confection à PRAYTECH

### **c.3. Solutions pour limiter la tendance à la prise en masse**

Diverses mesures dans l'industrie des engrais se sont révélées bénéfiques pour atténuer la prise en masse, y compris les suivantes :

- Divers processus de séchage pour obtenir une production à faible teneur en humidité
- Divers procédés de refroidissement pour obtenir un produit à basse température
- Divers procédés de granulation pour produire des particules plus grandes diminuant ainsi la surface et le nombre de points de contact entre les particules
- L'utilisation d'un équipement de criblage pour obtenir une taille de particules plus uniforme réduisant ainsi la surface et le nombre de points de contact entre les particules
- Le contrôle des conditions de stockage telles que l'humidité relative, la température, et le temps de stockage.
- L'ajout d'enrobant anti-colmatage.

Au sein de la ligne 306, la prise en masse est principalement atténuée à travers l'étape de refroidissement combinée à une opération d'enrobage.

## **Conclusion générale**

Au terme de cette étude, les objectifs annoncés au départ ont été atteints. L'étude bibliographique a permis de comprendre la théorie derrière la fluidisation et à partir de là l'influence de chaque paramètre sur le comportement du lit fluidisé du refroidisseur. Cette étape a été importante pour bien cadrer le problème, et cerner les points majeurs à étudier.

L'étude expérimentale a donné suite à l'étude bibliographique, dans le sens où elle a mis en application les différentes notions étudiées et a permis d'examiner les causes principales de la prise en masse.

L'étude bibliographique a un rôle déterminant pour se focaliser concrètement sur les causes conduisant à l'indisponibilité du refroidisseur à lit fluidisé. Le diagnostic de l'état des lieux a permis de faire ressortir les causes racines qui font qu'aujourd'hui le refroidisseur est indisponible, et qui faisaient qu'il était défaillant pendant sa période de fonctionnement. À partir de là plusieurs actions ont été entreprises, et des solutions ont été proposées. D'abord, les ventilateurs et le tamis finisseur sont aujourd'hui parfaitement opérationnels. La proposition d'une configuration alternative sans utilisation du circuit Ethylène Glycol, avec la création d'une connexion entre la bande en amont et le refroidisseur, ouvre le champ pour rendre le lit fluidisé moins tributaire des autres équipements. D'un autre côté, à travers la conduite de l'opération par régulation automatique et l'analyse faite sur la grille de fluidisation, le problème de l'écoulement du produit est aujourd'hui mieux cerné.

À l'issue de cette étude, le refroidisseur à lit fluidisé est toujours indisponible. Cependant, cette étude a permis de tracer une ligne de conduite à suivre pour qu'il soit opérationnel et fiable. D'autre part, ce travail doit être complété par un ensemble d'essais à faire, notamment sur le temps de séjour dans le refroidisseur et l'impact de la pente sur l'écoulement.

De plus, il faudrait mener en parallèle une étude sur l'enrobeur. La prise en masse du MAP est grandement liée au refroidisseur, ceci étant, l'enrobeur a aussi un rôle qui reste à déterminer.

## Annexe 1

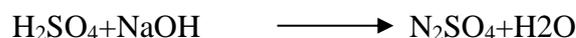
### Démonstration de la formule : $\%P_2O_5 = 7.1 * \frac{Vb}{PE}$

On a la réaction suivante :

- La mise en solution : l'attaque



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



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



Alors  $n(HNO_3) = n(NaOH) = 0,1 * Tb * 10^{-3}$

Et on a  $n(HNO_3)/6 = n(H_3PO_4)/3$

Donc  $n(H_3PO_4) = (0,1 * Tb * 10^{-3}) / 2$



Selon cette équation on a :  $n(H_3PO_4) / 2 = n(P_2O_5)$

$$n(P_2O_5) = (0,1 * Tb * 10^{-3}) / 4$$

$$n(P_2O_5) = (0,1 * Tb * 10^{-3}) / 4 \longrightarrow 25ml$$

$$n(P_2O_5) = (20 * 0,1 * Tb * 10^{-3}) / 4 \longrightarrow 500ml$$

Donc :

$$n(P_2O_5) = [(Tb * 10^{-3}) / 2] = m/M$$

On a alors :  $(Tb * 10^{-3} * 142 * 100) / 2 \longrightarrow PE$

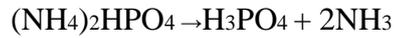
$$\%P_2O_5 \longrightarrow 100$$

Donc :  $\%P_2O_5 = [(Tb * 10^{-3} * 142 * 100) / 2] / PE = 7.1 * \frac{Tb}{PE}$

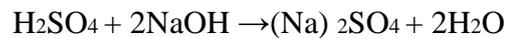
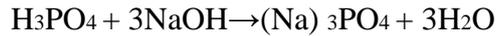
**La démonstration de la formule de pourcentage d'azote (%N<sub>2</sub>) :**

La formule : %N<sub>2</sub> = (50 - V<sub>NaOH</sub>/2) \* (0.28/PE)

**-Démonstration :**



**La réaction secondaire est :**

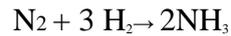


$$n(NH_3) = n(H_2SO_4) - n(NaOH)$$

$$n(NH_3) = C(H_2SO_4) * V(H_2SO_4) - C(NaOH) * V(NaOH)$$

$$n(NH_3) = (0.2 * 50 * 10^{-3}) - (0.1 * V(NaOH) * 10^{-3}) \quad n(NH_3) = (0.2 * 50 * 10^{-3}) - (0.1 * TB * 10^{-3})$$

**La réaction de l'ammoniac :**



$$n(N_2) = n(NH_3)/2$$

$$n(N_2) = ((0.2 * 50 * 10^{-3}) - (0.1 * V(NaOH) * 10^{-3}))/2$$

$$m(N_2) = M(N_2)((0.2 * 50 * 10^{-3}) - (0.1 * V(NaOH) * 10^{-3}))/2$$

$$m(N_2) = 28 * (50 - V(NaOH) / 2) * 10^{-4}$$

$$\% N_2 = m(N_2) * 100 / PE$$

$$N_2 = 28 * (50 - V(NaOH) / 2) * 10^{-4} * 100 / PE$$

**La relation devienne : %N<sub>2</sub> = (50 - V<sub>NaOH</sub>/2) \* (0.28/PE)**

## Annexe 2

Capacité de produit	Normal	50-55 T/h
	Max	75 T/h
Vitesse de fluidisation	1er chambre	2,56 m/s
	2ème chambre	2,27 m/s
Surface	1er chambre	12,07 m <sup>2</sup>
	2ème chambre	9,17 m <sup>2</sup>
Surface total		21,24 m <sup>2</sup>
Temps de séjour		4.63 min approx
Hauteur du lit étendu	Plage	150-225 mm
	Minimum	100 mm
	Maximum	200 mm
	Design	300 mm
Débit d'air	Première chambre	100 000 Am <sup>3</sup> /h
	Deuxième chambre	70 000 Am <sup>3</sup> /h
Température d'air	Première chambre	35 - 45 °C (41°C design)
	Deuxième chambre	18 - 28 °C (20 °C design)
T de l'air à l'entrée de refroidisseur	Première chambre	41,1 °C
	Deuxième chambre	18-28°C (24°C design)
Vitesse de transport pneumatique	Première chambre	22,89 m/s
	Deuxième chambre	22,25 m/s
Chute de pression à travers une plaque perforée		60-100 mm H2O (60 designs)
Pression d'entrée (mmWC)	-125	-75
Pression de sortie (mmWC)	300	325

### Paramètre de marche de système de refroidissement

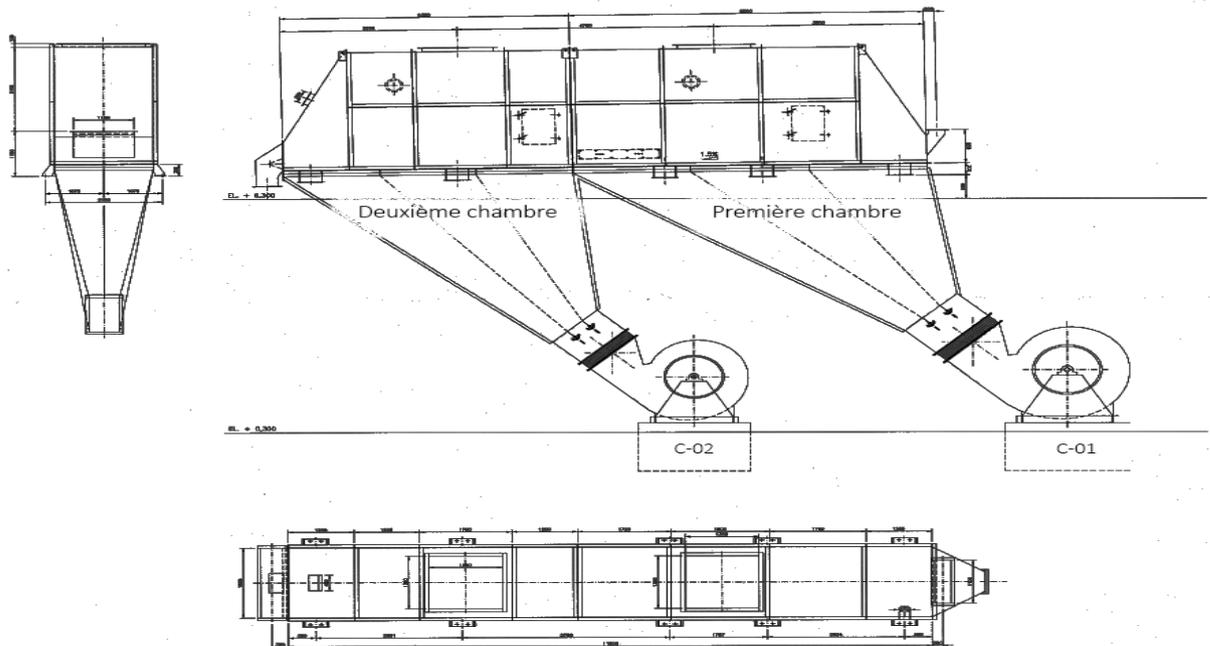


Schéma du refroidisseur à lit fluidisé et des ventilateurs

## Bibliographie

- [1] Laguérie .C, Technique de mises en contact entre phases solides et gazeuses. Technique de l'ingénieur, A5850-1 à A5852-7 (1993)
- [2] [http://thesesups.ups-tlse.fr/693/1/Aiche-Belkadi\\_Lynda.pdf](http://thesesups.ups-tlse.fr/693/1/Aiche-Belkadi_Lynda.pdf)
- [3] Daizo Kunii et Octave Levenspiel. *Fluidization Engineering*. Butterworth-Heinemann,1991.
- [4] <http://oatao.univ-toulouse.fr/14413/>