

Sommaire

Glossaire	5
Liste des figures	6
Liste des tableaux	7
Introduction	8
Partie I : Présentation de l'Office Chérifien des Phosphates	9
I. Présentation générale du groupe OCP	10
II. Présentation du pôle chimie de Safi	11
Partie II : Procédé de fabrication de l'engrais TSP	12
I. Généralités sur les engrais	13
II. Procédé de fabrication du Triple Super Phosphate	14
1. Triple Super Phosphate	14
2. Description de l'atelier de production du TSP	14
3. Chaîne de production du TSP	14
3.1. Réaction	15
3.2. Granulation	16
3.3. Séchage	16
3.4. Classification	17
3.5. Assainissement	17
Partie III : Etude critique de la qualité du produit TSP	19
I. Analyse chimique du produit TSP	20
1. Analyse du taux d'humidité du produit TSP	20
1.1. Conformité de l'humidité du produit TSP	20
1.2. Carte de contrôle de l'humidité du produit TSP	21
1.3. Synthèse	22
1.4. Facteurs influençant sur l'humidité du produit TSP	22
2. Analyse du taux d'acide libre du produit TSP	24
2.1. Conformité du taux d'acide libre du produit TSP	24
2.2. Carte de contrôle du taux d'acide libre du produit TSP	25
2.3. Synthèse	26
2.4. Facteurs influençant sur le taux d'acide libre du produit TSP	26
3. Analyse du taux de P ₂ O ₅ soluble du produit TSP	28
3.1. Conformité du taux de P ₂ O ₅ du produit TSP	28
3.2. Carte de contrôle du taux de P ₂ O ₅ du produit TSP	29
3.3. Synthèse	29
3.4. Facteurs influençant sur le taux de P ₂ O ₅ du produit TSP	30
II. Analyse granulométrique du produit TSP	33
1. Conformité de la granulométrie du produit TSP	33
2. Carte de contrôle de la granulométrie du produit TSP	34
3. Facteurs influençant sur la granulométrie du produit TSP	34
Partie IV : Elaboration du plan d'action pour remédier aux anomalies constatées	36
I. Actions correctives	37
II. Actions techniques	38
III. Evaluation du plan d'action	40
IV. Système contrôle de qualité	41
Conclusion	44
Références bibliographiques/Sitographie	45
Annexes	46

Glossaire

OCP : Office Chérifien des Phosphates, producteur d'une large gamme de produits (Acide phosphorique marchand, acide phosphorique purifié, TSP, MCP,...).

TSP : Triple Super Phosphate, engrais destiné à la fertilisation des sols.

MCP : Mono Calcique de Phosphate, complément alimentaire pour les bétails.

MSP : Maîtrise Statistique des Procédés, suite des analyses pour évaluer, régler et maintenir la stabilité d'un processus de fabrication pour fabriquer des produits conformes aux spécifications.

%H₂O : taux d'humidité du produit TSP.

%AL : taux d'acide libre du produit TSP, correspondant à la quantité d'acide phosphorique qui n'a pas réagi au cours de la réaction (attaque du phosphate par l'acide phosphorique).

%P₂O₅ soluble : taux de P₂O₅ soluble en eau et en citrate d'ammonium du produit TSP.

ACP : acide phosphorique.

ECA : entrée de la cuve d'attaque (milieu réactionnel de l'attaque du phosphate par l'acide phosphorique).

ESM : équipements de surveillance et de mesure, équipements nécessaires pour apporter la preuve de conformité du produit TSP aux exigences spécifiées.

TC : taux de conformité, indicateur qui évalue la conformité du produit TSP.

Ra : Rapport d'acidulation, rapport entre l'acide phosphorique et le phosphate.

PR : produit de recyclage, produit issu de la classification constitué principalement de fines et de poussières.

PF : produit fini (engrais TSP).

Liste des figures

Figure 1. Organigramme de la division Maroc Chimie	11
Figure 2. Schéma de la cuve d'attaque	15
Figure 3. Schéma du granulateur	16
Figure 4. Schéma du tube sécheur	16
Figure 5. Schéma du système de classification (crible)	17
Figure 6. Schéma du système d'assainissement de l'atelier TSP	18
Figure 7. Engrais Triple Super Phosphate	18
Figure 8. Variation de l'humidité du produit TSP pendant le premier trimestre de l'année 2016	21
Figure 9. Carte de contrôle du taux d'humidité du produit TSP	21
Figure 10. Diagramme d'Ishikawa des causes influençant sur l'humidité du produit TSP	22
Figure 11. Variation de la densité d'acide phosphorique H_3PO_4	23
Figure 12. Influence de la densité d' H_3PO_4 sur l'humidité du produit TSP	24
Figure 13. Influence de l'humidité du phosphate sur l'humidité du produit TSP	24
Figure 14. Variation de l'acide libre du produit TSP pendant le premier trimestre de l'année 2016	25
Figure 15. Carte de contrôle du taux d'acide libre du produit TSP	25
Figure 16. Diagramme d'Ishikawa des causes influençant sur le taux d'acide libre du produit TSP	26
Figure 17. Variation de la finesse du phosphate broyé durant le premier trimestre de 2016	27
Figure 18. Influence des éléments du phosphate sur le taux d'acide libre du produit TSP	28
Figure 19. Variation du $\%P_2O_5$ du produit TSP pendant le premier trimestre de l'année 2016	28
Figure 20. Carte de contrôle du taux de P_2O_5 soluble du produit TSP	29
Figure 21. Diagramme d'Ishikawa des causes influençant sur l'humidité du produit TSP	30
Figure 22. Influence des éléments du phosphate sur le taux de P_2O_5 soluble du produit TSP	31
Figure 23. Variation du $\%H_2O$, $\%AL$ et $\%P_2O_5$ soluble du produit TSP selon le $\%P_2O_5$ du phosphate ...	32
Figure 24. Variation de la granulométrie du produit TSP durant le premier trimestre de l'année 2016 ...	33
Figure 25. Carte de contrôle de l'analyse granulométrique du produit TSP	34
Figure 26. Diagramme d'Ishikawa des causes influençant sur la granulométrie du produit TSP	35
Figure 27. Carte de contrôle de l'humidité du produit TSP Mai 2016	40
Figure 28. Carte de contrôle du taux d'acide libre du produit TSP Mai 2016	40
Figure 29. Carte de contrôle du taux P_2O_5 du produit TSP Mai 2016	41

Liste des tableaux

Tableau 1. Impact de la température du sécheur sur l'humidité du produit TSP	23
Tableau 2. Influence de l'acide sulfurique sur la qualité chimique du produit TSP	30
Tableau 3. Résultats des analyses du phosphate et du produit TSP	32
Tableau 4. Caractéristiques granulométriques selon les standards AFCOME	33
Tableau 5. Actions correctives à appliquer pour remédier aux anomalies détectées	37
Tableau 6. Actions techniques à mener pour remédier aux problèmes constatés	38
Tableau 7. Exigences qualité et enregistrements du système contrôle qualité	42
Tableau 8. Check-list de la qualité du produit Triple Super Phosphate	43

Introduction

Le secteur économique des engrais regroupe toutes les activités d'extraction des roches, de valorisation et de commercialisation des engrais constitués des éléments importants et répondant aux besoins selon leur destination. Les engrais phosphatés sont mondialement commercialisés et plus particulièrement le Triple Super Phosphate (TSP).

La qualité du produit TSP est un facteur primordial d'où l'Office Chérifien des Phosphates améliore la commercialisation de ce produit pour pouvoir se différencier par rapport à ses concurrents d'engrais.

Le présent travail a été effectué au sein de l'Office Chérifien des Phosphates de Safi. L'OCP a pour missions d'extraire, de valoriser, de commercialiser et de faire progresser la qualité du phosphate, de l'acide phosphorique et des engrais. Mon stage de fin d'études durant 4 mois a pour sujet l'optimisation de la qualité des engrais Triple Super Phosphate.

Ledit projet consiste à l'amélioration de la qualité des engrais Triple Super Phosphate fabriqués à Maroc Chimie pour les besoins du marché international des engrais phosphatés. Pour ce faire, nous abordons une étude critique de la qualité du produit TSP par rapport aux exigences des clients et en se basant sur les outils de base de la maîtrise statistique des procédés, les cartes de contrôle et les diagrammes d'Ishikawa pour déterminer les facteurs influençant sur la stabilité du procédé et la qualité du produit ce qui nous mène à détecter les anomalies et par la suite d'établir un plan d'action pour y remédier et maintenir la stabilité du procédé.

Ce manuscrit est structuré en quatre parties :

La première partie de ce mémoire sera consacrée à la présentation de l'Office Chérifien des Phosphates.

La deuxième partie sera dédiée à la description de la chaîne de production du produit TSP ainsi qu'à la citation de quelques généralités sur les engrais.

La troisième partie sera réservée à l'étude critique de la qualité chimique et physique du produit TSP.

Le plan d'action relatif à l'optimisation de la qualité du Triple Super Phosphate sera étudié dans la dernière partie.

Une conclusion générale sera présentée à la fin de ce manuscrit.

Partie I

Présentation de l'Office Chérifien des Phosphates

Cette partie évoque une description du Groupe Chérifien des Phosphates OCP, puis une présentation générale du pôle chimie de SAFI.

I. Présentation générale du groupe OCP

L'OCP, un des leaders mondiaux sur le marché du phosphate et des produits dérivés et un acteur de référence incontournable sur le marché international depuis sa création en 1920.

Présent sur toute la chaîne de valeur, OCP extrait, valorise et commercialise du phosphate et des produits dérivés, acide phosphorique et engrais. Il est le premier exportateur mondial de roches et d'acide phosphorique et l'un des plus importants producteurs d'engrais.

Le phosphate qui représente les trois-quarts des réserves mondiales est principalement utilisé dans la fabrication des engrais, il provient des sites de Khouribga, Ben guérir, Youssoufia et Boucraâ-Laâyoune.

L'OCP maîtrise toute la chaîne de création de valeur de l'industrie du phosphate : extraction, traitement et transformation de cette matière première en un produit liquide intermédiaire ; l'acide phosphorique et fabrication des produits finis notamment les engrais et l'acide phosphorique purifié.

En effet, le phosphate peut être exporté tel qu'il est, ou bien subir des transformations aux industries chimiques du groupe OCP à Jorf Lasfar ou à Safi, pour être transformé en produits dérivés commercialisables.

Le groupe OCP joue un rôle très important sur les plans économique et social du pays, vu l'importance des offres d'emploi qu'il offre et sa contribution dans le développement social et économique des différentes régions du pays, puisqu'il représente le premier exportateur mondial du phosphate sous toutes ses formes, dont 95 % de sa production expédié en dehors des frontières nationales.

• Fiche technique de l'OCP

Voici une fiche technique de l'Office Chérifien des Phosphates :

- **Raison sociale** : Office Chérifien des Phosphates (OCP)
- **Directeur général** : M. TERRAB Mustafa
- **Statut juridique** : Société Anonyme
- **Ports d'embarquement** : Casablanca, Jorf Lasfar, Safi et Laâyoune

• Quelques dates clés de l'histoire de l'OCP

1920 : Création, le 7 Août, de l'Office Chérifien des Phosphates (OCP)

1965 : Début des opérations chimiques (Safi)

1975 : Création du Groupe OCP

1998 : Début de la production d'acide phosphorique purifié (Jorf Lasfar)

2008 : Le Groupe OCP devient OCP Société Anonyme.

2013 : Démarrage de l'unité MCP (Mono-calcique phosphate) pour la production du complément alimentaire pour les bétails

• Activités de l'OCP

- **L'extraction** : faire sortir le phosphate des gisements où se trouve en couches plus ou moins épaisses, à une certaine profondeur du sol.
- **Le traitement** : le phosphate extrait n'est pas pur, il faut lui faire subir un traitement en vue d'améliorer ses qualités et le rendre assimilable par les plantes.
- **Le transport** : le phosphate de Khouribga et Youssoufia est transporté jusqu'aux ports les plus proches pour l'expédier par bateaux vers différents pays.
- **La vente** : commercialisation du phosphate et de ses produits dérivés ce qui fait que la vente du phosphate représente une importante source de revenus pour le Maroc.

- **Diversification des produits de l'OCP**

L'OCP offre une large gamme de produits adaptée à la diversité des sols et des variétés végétales. Parmi ses produits commercialisés, on cite : le phosphate, l'acide phosphorique marchand (H_3PO_4), l'acide phosphorique purifié (APP), le Triple Super Phosphate (TSP) et le Mono Calcique Phosphate (MCP) [1].

II. Présentation du pôle chimie de Safi

Le pôle chimie de Safi est situé au sud-ouest à 4 Km de la ville de Safi. Cet emplacement est justifié par la présence d'une voie ferrée permettant l'approvisionnement en phosphate brut de Youssoufia et Ben Guérir ainsi qu'une ligne ferroviaire avec le port de Safi, outre cela, pour l'utilisation de l'eau de mer pour le refroidissement et l'assainissement. Le pôle Chimie de Safi comporte 4 divisions : Maroc Phosphore I, Maroc Phosphore II, division logistique et transport et division Maroc Chimie.

C'est dans la division de Maroc Chimie que j'ai effectué mon stage de fin d'études.

- **Division Maroc Chimie**

Cette division a été créée en 1965 pour la fabrication des engrais et des produits chimiques de toutes natures, notamment par la transformation des phosphates. Cette entité a connu son développement à partir des années soixante-dix.

Elle comporte 5 ateliers principaux :

- Atelier sulfurique pour la production de l'acide sulfurique ;
- Atelier phosphorique pour la production de l'acide phosphorique (30%, 42% et 54%);
- Atelier d'énergies et fluides (la centrale thermique) ;
- Atelier TSP pour la production du Triple Super Phosphate destiné à la fertilisation des sols;
- Atelier MCP pour la production du Mono-Calcique Phosphate, un complément alimentaire pour les bétails [1].

Le stage de fin d'études a été effectué au sein de l'Office Chérifien des Phosphates de Safi, notamment à la division Maroc Chimie (service Production Engrais).

L'organigramme de ladite division est schématisé sur la figure 1:

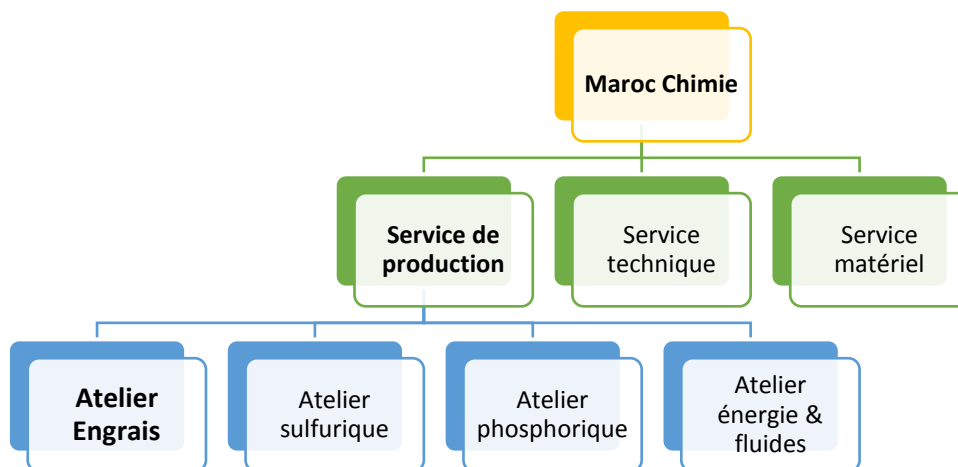


Figure 1. Organigramme de la division Maroc Chimie

Partie II

Procédé de fabrication de l'engrais TSP

Cette partie est consacrée à la citation de quelques informations sur les engrais ainsi qu'à la description de l'atelier et du procédé de fabrication des engrais Triple Super Phosphate.



I. Généralités sur les engrais

L'utilisation des phosphates concernant la production des engrais présente environ 85%, le reste étant à usage industriel et d'additifs alimentaires.

Les principales réserves de minerai du phosphate dans le monde, proviennent des dépôts sédimentaires des bassins océaniques préhistoriques, où la vie marine prospérait. Elles sont estimées à plusieurs siècles d'exploitations pour le Maroc, détenteur des premières réserves mondiales.

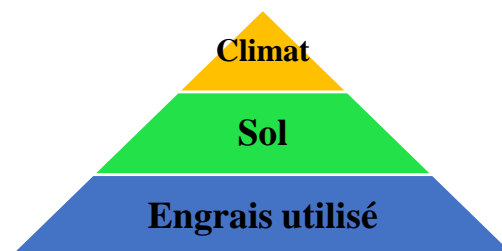
Au-delà de l'eau et du rayonnement solaire, les plantes ont un besoin vital de trois composants essentiels à leur développement harmonieux : l'azote (N), le phosphore (P) et le potassium (K).

Les engrais sont des substances organiques ou minérales, souvent utilisées en mélanges, destinées à apporter aux plantes des compléments d'éléments nutritifs, de façon à améliorer leur croissance et à augmenter le rendement et la qualité des cultures. Les particules d'engrais peuvent avoir des formes et des dimensions différentes selon le procédé utilisé lors de leur fabrication.

La composition des engrais en éléments fertilisants diffère selon les besoins et selon l'utilisation en agriculture. On distingue :

- **Les engrais simples** : ce sont des engrais ayant une teneur déclarée en un seul élément fertilisant majeur N, P ou K. Cette appellation reste valable même si l'engrais contient des éléments secondaires en faible quantité.
- **Les engrais composés** : ce sont des engrais ayant des teneurs déclarées avec au moins deux éléments fertilisants majeurs. Il s'agit des engrais NP, PK, NK et NPK. Les teneurs en éléments fertilisants des engrais sont exprimées en azote, en phosphore et en potassium.

La dose d'engrais représente la quantité d'engrais qu'il faut incorporer au sol pour satisfaire les besoins d'entretien et de production des plantes qui y sont cultivées. Elle devrait donc être suffisante pour garantir la croissance harmonieuse du végétal, assurer le rendement escompté en quantité et en qualité. La dose varie en fonction de la culture et des objectifs de production, elle dépend essentiellement de trois éléments :



Ils existent différents types d'engrais, à savoir, les engrais minéraux formés de substances d'origine minérales, les engrais organiques qui peuvent être d'origine animale ou végétale et les engrais organo-minéraux qui sont composés de matières minérales ainsi que d'un minimum de 25% de substances organiques d'origine animale ou végétale. Ces engrais peuvent avoir diverses formes, on peut citer, les engrais granulés, les engrais pulvérulents, les engrais liquides et les suspensions d'engrais [2].

II. Procédé de fabrication du Triple Super Phosphate

1. Triple Super Phosphate (TSP)

Comme le phosphate est très peu soluble dans le sol, les engrais phosphatés doivent être apportés avant de cultiver et de les bien mélanger au sol, se sont donc les engrais de fond, ils contiennent des oligo-éléments tel que le fluor, le magnésium, l'oxyde de fer ... et ils sont caractérisés par leurs teneurs en P_2O_5 , par leurs formes ainsi que par leur types.

Depuis 1965, le TSP a fourni environ 15 à 20 % des engrais phosphatés du monde, cette proportion varie peu dans le temps. A mesure que la consommation d'engrais phosphatés augmentait, celle du TSP augmentait à peu près au même rythme.

Le Triple Super Phosphate (TSP) est donc un engrais granulé simple qui ne contient que du P_2O_5 , sa fabrication est basée sur l'attaque du phosphate broyé par l'acide phosphorique, destiné à la fertilisation des sols. Il est très utilisé en agriculture grâce aux bienfaits qu'il apporte, dont on peut citer :

- ✓ Fourniture d'éléments nutritifs aux plantes ;
- ✓ Amélioration de la fertilisation et de la croissance des plantes ;
- ✓ Augmentation du rendement et de la qualité des cultures.

Cet engrais phosphaté est caractérisé par :

- Sa formule NPK ($N_2-P_2O_5-K_2O$) : qui représente les pourcentages en poids de ces 3 éléments en produit fini et qui sont respectivement égaux à 0-47-0.
- Sa solubilité : pourcentage P_2O_5 soluble dans l'eau et le citrate d'ammonium
- Sa granulométrie : entre 2 et 4mm de 80 à 90%
- Son humidité : qui est égale à 5,5% environ à la sortie de la ligne de production [3].

2. Atelier de production du TSP

L'atelier TSP du Maroc Chimie a été installé en 1965. Il est composé de deux lignes de production (ligne nord et ligne sud) ayant un fonctionnement identique et disposant d'une cadence de production de 1500 t/j. Cet atelier est destiné principalement à la fabrication du Triple Super Phosphate par attaque du phosphate broyé par l'acide phosphorique.

L'atelier de production dispose d'une salle de contrôle, ses agents de surveillance, disposant des connaissances en automatique et en électricité, ont pour rôle de contrôler, surveiller et d'intervenir en cas de dysfonctionnement de l'un des équipements de la chaîne de production du produit TSP.

La régulation s'avère actuellement un outil primordial, ses applications deviennent de plus en plus nombreuses dans de divers domaines d'activités et particulièrement dans les industries chimiques. Certains paramètres doivent être maintenus constants (débit, température, pression,...) afin de garantir une bonne marche de production [4].

3. Chaîne de production du TSP

La production de cet engrais phosphaté au sein de l'atelier TSP demande les matières premières suivantes :

- Le phosphate broyé (80 à 160 μm)
- L'acide phosphorique H_3PO_4 (42% P_2O_5)

Le phosphate broyé (80 à 160 μm) provient du broyage de l'atelier phosphorique I pour alimenter deux silos, l'un d'une capacité de 1500T et l'autre de 300T. Au-dessous de ceux-ci, se trouve un extracteur qui alimente à son tour un élévateur à godets acheminant un

autre extracteur associé à une trémie fournissant le phosphate à un dosomètre situé en haut de la cuve d'attaque.

L'acide phosphorique provenant de l'atelier phosphorique I est stocké dans un bac d'acide associé à une pompe afin de fournir l'acide nécessaire à la cuve d'attaque selon la cadence d'alimentation du phosphate broyé.

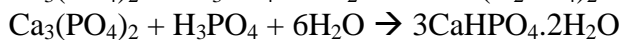
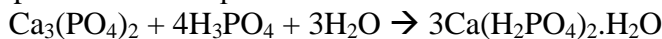
La production du TSP comprend 5 étapes successives et complémentaires dont nous allons détailler et qui sont :

- La réaction ;
- La granulation ;
- Le séchage ;
- La classification ;
- L'assainissement.

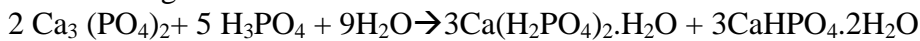
3.1.Réaction

Le phosphate broyé provenant du dosomètre et l'acide pompé du bac sont mélangés préalablement dans un pré-mélangeur afin d'éviter toute perte importante du phosphate par le système d'assainissement d'une part et de garantir une bonne homogénéisation du mélange d'autre part. Ce dernier s'écoule dans la cuve d'attaque où se produit la réaction suite à l'attaque du phosphate (31% P₂O₅) par l'acide phosphorique (42% P₂O₅) et par ajout de la vapeur d'eau moyenne pression (MP) de 5 à 7 bar à une température allant de 180°C jusqu'à 220°C pour maintenir la température de la cuve d'attaque (Figure 2) à 104°C environ, ceci permet de former une bouillie ayant une humidité de 20% environ. L'objectif de cette attaque est de transformer le phosphate tricalcique en phosphate mono-calcique et bi-calcique assimilable par les plantes.

Les principales réactions qui se déroulent au sein de la cuve d'attaque sont :



La réaction globale est :



Ca₃(PO₄)₂ : phosphate tricalcique (soluble dans les acides) ;

Ca(H₂PO₄)₂·H₂O : phosphate mono-calcique (soluble dans l'eau) ;

CaHPO₄·2H₂O : phosphate bi-calcique (soluble dans le citrate d'ammonium).

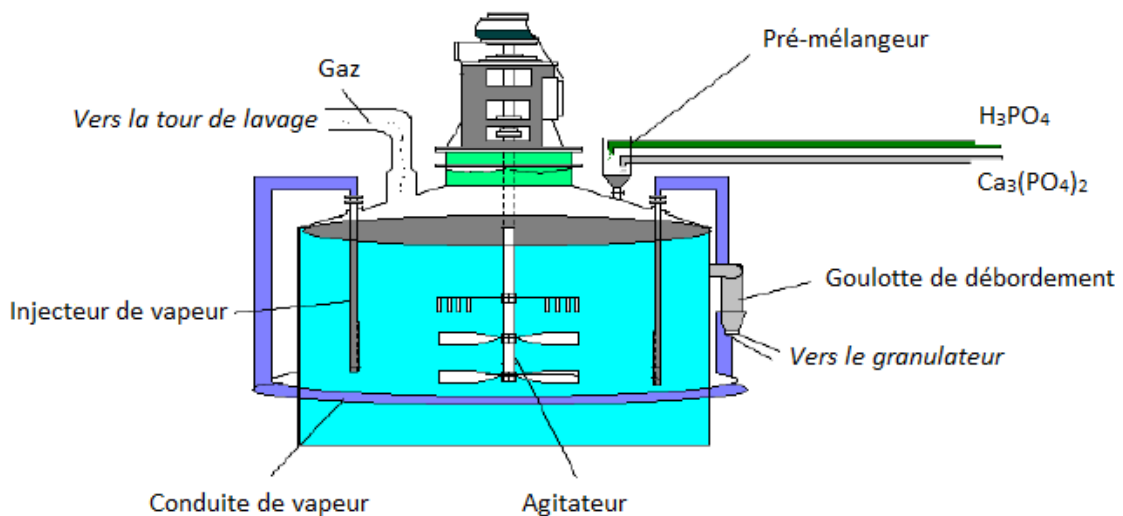


Figure 2. Schéma de la cuve d'attaque

3.2. Granulation

A un certain temps, la bouillie formée atteint le niveau de la goulotte bouillie depuis laquelle elle s'écoule par débordement dans le granulateur (Figure 3) à travers une conduite chauffée à la vapeur. Cette bouillie rencontre le produit recyclé provenant de la bande de recyclage et alimentant une jetée de recyclage située au-dessus du granulateur par le biais d'un élévateur de recyclage. C'est grâce à la rotation du granulateur ($\omega = 8 \text{ tr/mn}$) et la perte d'humidité de la bouillie qu'on obtient le produit TSP à 10% d'humidité. Le granulateur est un tube rotatif incliné de 2,2%, disposé à l'intérieur des couteaux décrotteurs permettant de décrotter le produit des parois internes de celui-ci.

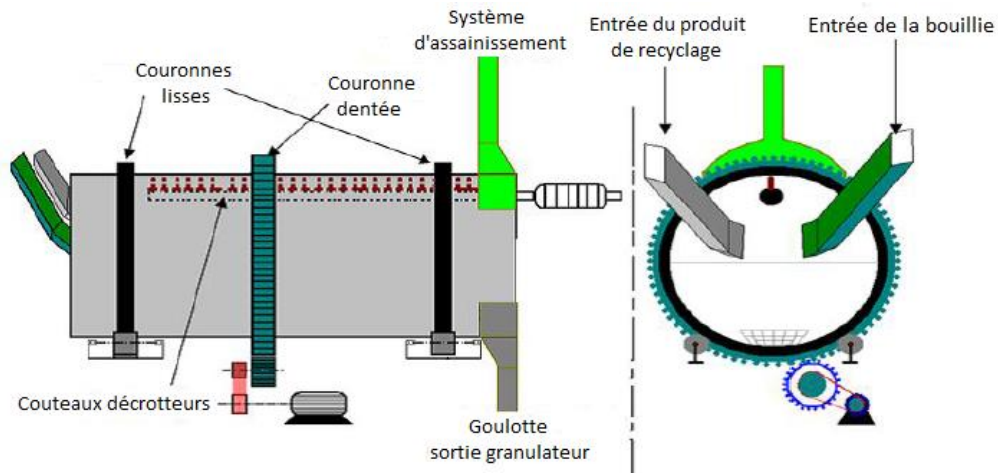


Figure 3. Schéma du granulateur

3.3. Séchage

Le produit TSP ainsi formé est transporté vers le tube sécheur (Figure 4) à travers la goulotte sortie granulateur afin d'en diminuer l'humidité de 10% à 5% environ à la sortie. Celui-ci est un tube rotatif, disposant à l'entrée des palettes hélicoïdales permettant l'entraînement du produit à l'intérieur et des palettes le long du tube sécheur permettant de soulever le produit et l'entraîner au milieu comme un mouvement des cascades dû à la rotation ($\omega = 4 \text{ tr/mn}$) pour lui garantir une bonne exposition aux gaz chauds à co-courant et un séchage modéré, il dispose ainsi d'autres palettes à l'extrémité permettant de relever les blocs et les jeter dans un panier pour les évacuer à l'extérieur afin de subir un concassage.

La chaleur nécessaire pour le chauffage est fournie par la combustion du fuel lourd dans une chambre de combustion à une température allant de 600°C à 700°C. Il est à noter que la présence d'une porte décharge située entre la sortie de la chambre de combustion et l'entrée du sécheur, permet d'évacuer l'excès du produit à l'extérieur du tube sécheur en cas de surcharge pour qu'il ne recule pas vers la chambre et la détériorer.

A la sortie du tube sécheur, une turbine aspire les gaz avec poussières vers une batterie de 12 cyclones pour les séparer, les grains fins chutent en bas et se dirigent vers la bande de recyclage à travers deux trémies alors que les gaz se dégagent à travers les cheminées après leur lavage.

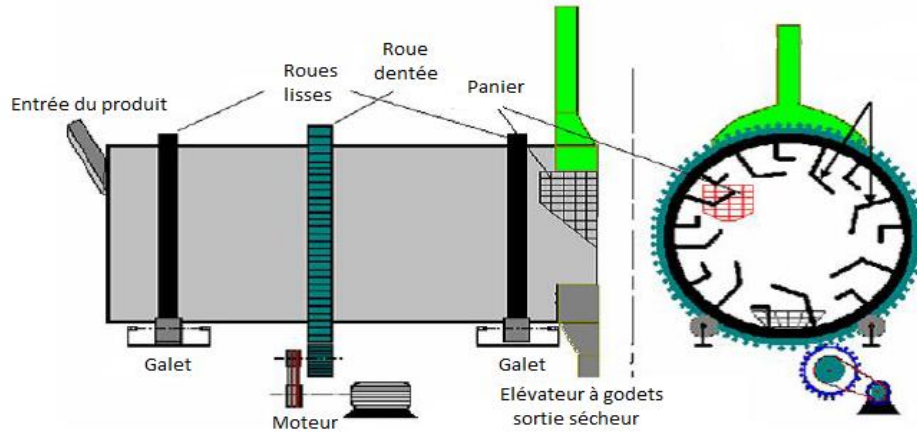


Figure 4. Schéma du tube sécheur

3.4. Classification

Le produit séché à 5% d'humidité environ est transporté à l'aide d'un élévateur à godets sortie sécheur vers une série de 4 transporteurs vibrants afin de le classifier. Chaque transporteur vibrant alimente un crible et après un broyeur.

Le refus ayant une taille supérieure à 20mm est envoyé au concasseur et par la suite, à la bande de recyclage. Alors que le passant alimente les 4 cribles vibrants (Figure 5) dont chacun dispose de deux toiles superposées respectivement de 4mm et de 2mm. Nous avons 3 catégories :

1. Le refus ($>4\text{mm}$) est destiné au broyage à l'aide des broyeurs à cylindres puis au recyclage.
2. Le produit désiré ($2 < d < 4\text{mm}$) est envoyé vers une série de bandes puis vers le stockage pour mûrissement et expédition.
3. Le passant ($< 2\text{mm}$) est transporté directement à la bande de recyclage à travers une trémie (trémie sous crible).

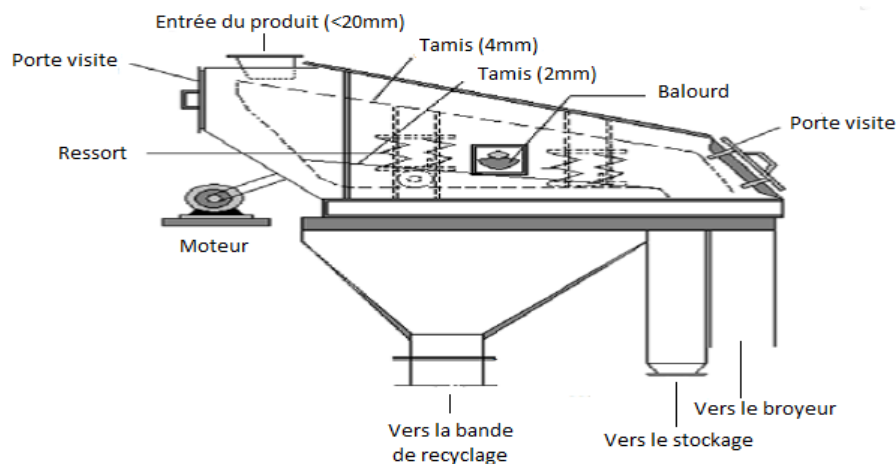


Figure 5. Schéma du système de classification (crible)

3.5. Assainissement

Pour des raisons environnementales, il existe 3 systèmes d'assainissement dans l'atelier TSP, à savoir : assainissement séchage, assainissement poussières et assainissement gaz.

Les gaz transportant les poussières provenant du tube sécheur sont aspirés par une turbine à travers deux batteries de 12 cyclones (6 cyclones pour chaque batterie) (Figure 6) dont lesquelles se produit la séparation solide-gaz. Les solides ou les fines se rassemblent dans une trémie (trémie sous cyclone) et par la suite dans la bande de recyclage. Concernant les gaz, ils sont acheminés vers deux tours de lavage par l'eau de mer avant leur rejet dans l'atmosphère.

Les poussières provenant des différents équipements (transporteurs vibrants, cribles, broyeurs et bande de recyclage) sont tirées par une turbine à travers une batterie de 4 cyclones pour une séparation solide-gaz. Les solides sont récupérés dans une trémie des poussières et puis vers la bande de recyclage, pour ce qui est des gaz, ils sont acheminés vers une tour de lavage par l'eau de mer pour les rejeter ultérieurement dans l'atmosphère.

Les gaz issus de la cuve d'attaque et du granulateur sont aspirés par une turbine de tirage pour les transporter vers la tour de lavage afin de subir un assainissement par l'eau de mer en premier lieu et un rejet dans l'atmosphère à travers une cheminée par la suite.

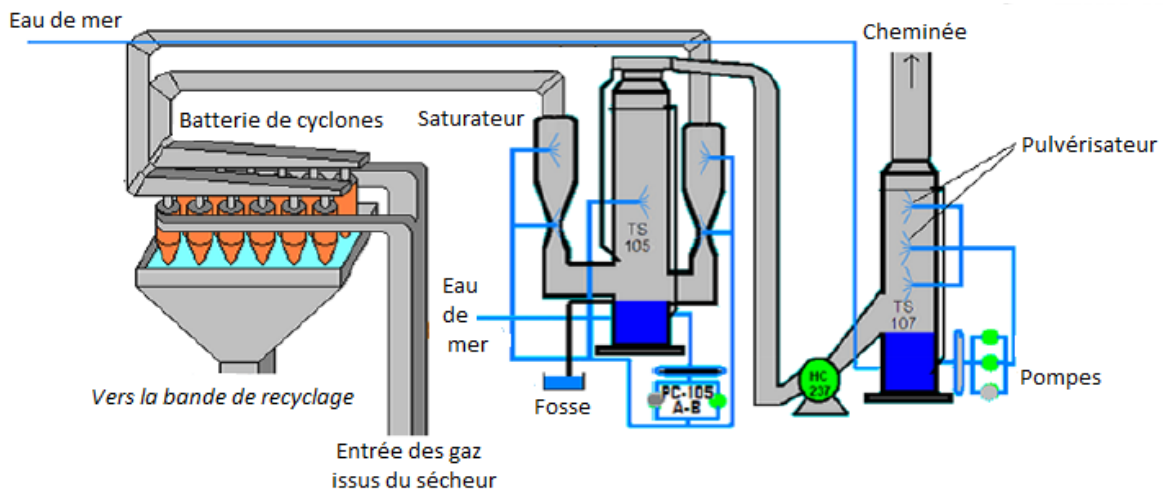


Figure 6. Schéma du système d'assainissement de l'atelier TSP

Le produit TSP est destiné au stockage dès sa sortie de la ligne de production, puisque c'est un produit vivant, les réactions vont se poursuivre. Cette période de stockage s'appelle le mûrissement, c'est une étape primordiale pour que le produit fini (Figure 7) soit un produit marchand dans l'atelier TSP de Maroc Chimie. La période du mûrissement varie en fonction des spécifications du produit à la sortie de l'usine. La période de mûrissement est entre 7 et 8 jours.



Figure 7. Engrais Triple Super Phosphate

Partie III

Etude critique de la qualité du produit TSP

Cette partie est dédiée à l'étude critique de la qualité chimique et physique de l'engrais Triple Super Phosphate (TSP) en utilisant les outils de base de la maîtrise statistique des procédés, les cartes de contrôle ainsi que les diagrammes causes-effet pour déterminer les facteurs qui influent sur la qualité du produit TSP.

Il s'avère important qu'un produit donne régulièrement au consommateur le même degré de satisfaction. Cette régularité est souvent le résultat d'un contrôle efficace lors du procédé de fabrication.

Il en résulte que le contrôle peut se définir tout simplement comme le maintien de certaines caractéristiques du produit fini chaque fois que l'on fabrique, cela implique un contrôle efficace des matières premières et du procédé de fabrication.

A la sortie de la ligne de production et selon la demande du client, le Triple Super Phosphate a des titres en %H₂O, %AL et %P₂O₅ compris généralement entre :

- Humidité : maximum 5,5%
- Acide libre : maximum 5,96%
- P₂O₅ soluble : 43,5 à 44,5 %

Dans le but de réaliser une étude critique de la qualité du produit TSP, nous nous sommes intéressés à la Maîtrise Statistique des Procédés (MSP), qui a pour but de mettre en place des outils statistiques de surveillance du procédé. Les outils de base de la MSP que nous avons étudié sont la carte de contrôle (carte x bar) la plus utilisée en industrie et le diagramme causes-effet (ou d'Ishikawa), ainsi que les cartes de conformité afin de juger si le procédé est sous contrôle ou pas et respecte les spécifications citées précédemment.

I. Analyse chimique du produit TSP

Dans cette partie, nous avons étudié la conformité des analyses chimiques par rapport aux exigences du client et qui sont correspondantes aux taux d'humidité, d'acide libre et du P₂O₅ soluble du produit TSP fini en sortie ligne afin d'optimiser sa qualité. Si ces caractéristiques sont acceptables dès leur sortie de la chaîne de production, le produit fini n'aura aucune non-conformité durant la période du mûrissement et par conséquent le produit est satisfaisant, dans le cas contraire, cela exige une détermination des causes principales de la non-conformité, des actions d'intervention pour y surmonter et une application adéquate pour la maîtriser.

1. Analyse du taux d'humidité du produit TSP

1.1. Conformité de l'humidité du produit TSP

Afin de déterminer si un produit est conforme ou non-conforme, nous avons pu calculer et estimer son taux de conformité selon la formule suivante :

$$\% \text{ TC} = \frac{\text{Nombre de jours ayant une conformité de production}}{\text{Nombre de jours total de production}} \times 100$$

Dans notre cas, nous nous sommes intéressés à un taux de conformité mensuel du produit TSP concernant le premier trimestre de l'année 2016, Janvier, Février et Mars. Concernant l'humidité du produit TSP, elle ne doit pas dépasser un pourcentage de 5,5% pour qu'elle n'influe pas par la suite sur le produit fini au mûrissement.

La figure 8 montre la variation de l'humidité du produit TSP pendant le premier trimestre de l'année 2016.

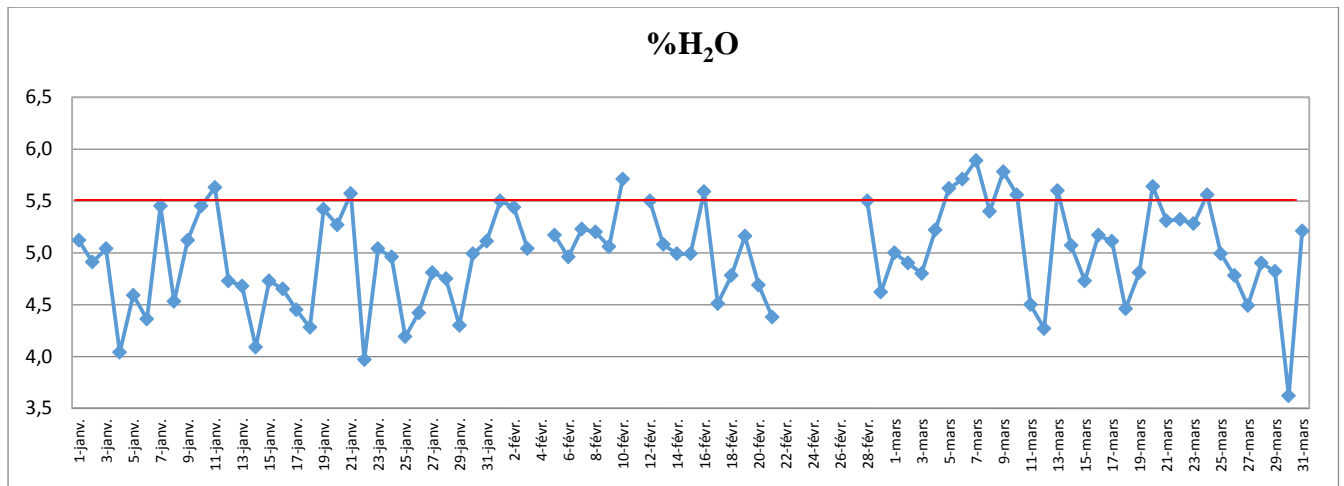


Figure 8. Variation de l'humidité du produit TSP pendant le premier trimestre de l'année 2016

D'après la figure 8, nous constatons que le produit TSP dépasse légèrement le seuil d'humidité exigé dans le mois de Janvier et Février notamment le mois de Mars avec un taux d'humidité élevé de 5,9% et un taux d'humidité bas de 3,6%.

Le taux de conformité par rapport à l'humidité est : % TC= 86,81

Nous pouvons en déduire que le taux de conformité par rapport à l'humidité du produit fini du premier trimestre de 2016 est favorable, avec l'existence des points non conformes nécessitant des actions de correction pour stabiliser le procédé.

1.2. Carte de contrôle de l'humidité du produit TSP

La figure 9 illustre la carte de contrôle de l'humidité du produit TSP à la sortie de la ligne de production durant le premier trimestre de 2016.

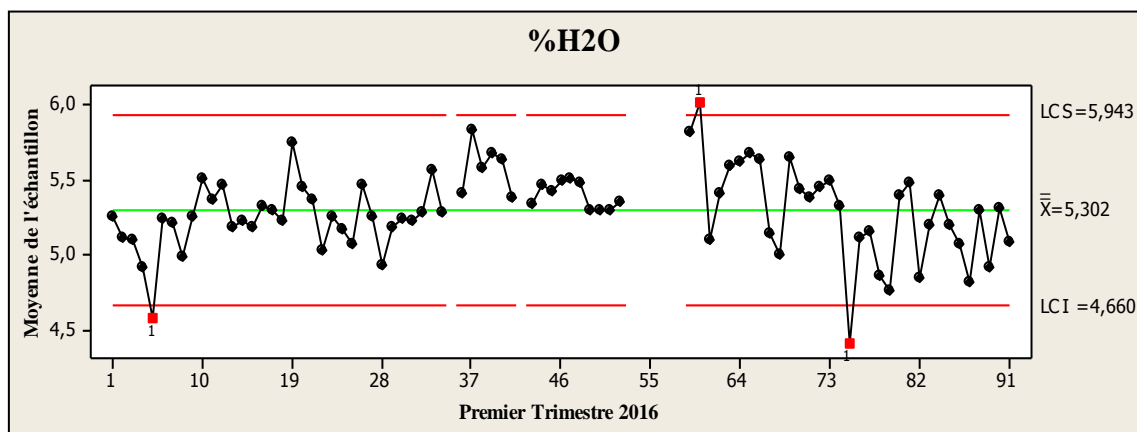


Figure 9. Carte de contrôle du taux d'humidité du produit TSP

Selon la carte de contrôle, la moyenne n'excède pas le seuil de 5,5%.

3 points hors limites : le point du 5 Janvier et 15 Mars ont franchi la limite inférieure et celui du 29 Février a franchi la limite supérieure avec des valeurs respectivement égales à 4,58% ; 4,41% et 6,03%. Cela d'une part, d'autre part, nous constatons l'existence des formes particulières de suite de points. Les points sont d'un seul côté de la ligne centrale, une suite positive de 7 points dans le mois de Février. De surcroît, nous remarquons qu'il y a des points regroupés à proximité de la ligne centrale notamment dans le mois de Janvier, dans ce cas nous parlons de concentration autour de la ligne centrale alors que d'autres s'éloignent de celle-ci. Toutes ces variations indiquent qu'il existe une anomalie ou un manque de maîtrise du procédé même si la majorité des valeurs sont dans les tolérances.

Donc, cela ne réfère pas à un procédé performant d'où la nécessité de détecter les problèmes responsables de ce dérèglement.

La capacité d'un procédé est défini comme étant l'aptitude d'un procédé à respecter les spécifications et à atteindre en permanence le niveau de qualité souhaité. On calcule la capacité notée Cp par le rapport : intervalle de tolérance/dispersion.

$$Cp = \frac{T_s - T_i}{6s} ; Cp = 0,80$$

$1 > Cp > 0,67$: insuffisant, ce qui signifie la non stabilité du procédé, d'où il s'avère nécessaire de contrôler et d'analyser le processus et si possible l'améliorer.

Quand un processus de production est maîtrisé, cela signifie que tous les points se situent dans les limites de contrôle et aucune suite de points n'a de forme particulière, ce qui n'est pas le cas pour le taux d'humidité du produit fini, en plus de l'insuffisance du facteur de capacité. Alors le procédé n'est pas stable.

1.3. Synthèse

Malgré que le produit est conforme à 86,81% pendant le premier trimestre de 2016, le procédé de fabrication du produit TSP s'est avéré instable par rapport à l'humidité. D'où la nécessité de déterminer les causes principales derrière cette constatation.

1.4. Facteurs influençant sur l'humidité du produit TSP

a. Diagramme des causes-effet (ou d'Ishikawa) du produit TSP

Il faut signaler d'emblée qu'un procédé de fabrication non stable est dû à certaines causes liées à la main d'œuvre, au milieu, à la méthode, à la matière et au matériel. Ce qui était le cas pour le procédé de fabrication du TSP, cela nous a abouti à établir le diagramme causes-effet ou d'Ishikawa qui nous a octroyé de déterminer les causes primordiales derrière le dérèglement du procédé et la non-conformité du produit fini par rapport à l'humidité. (Figure 10)

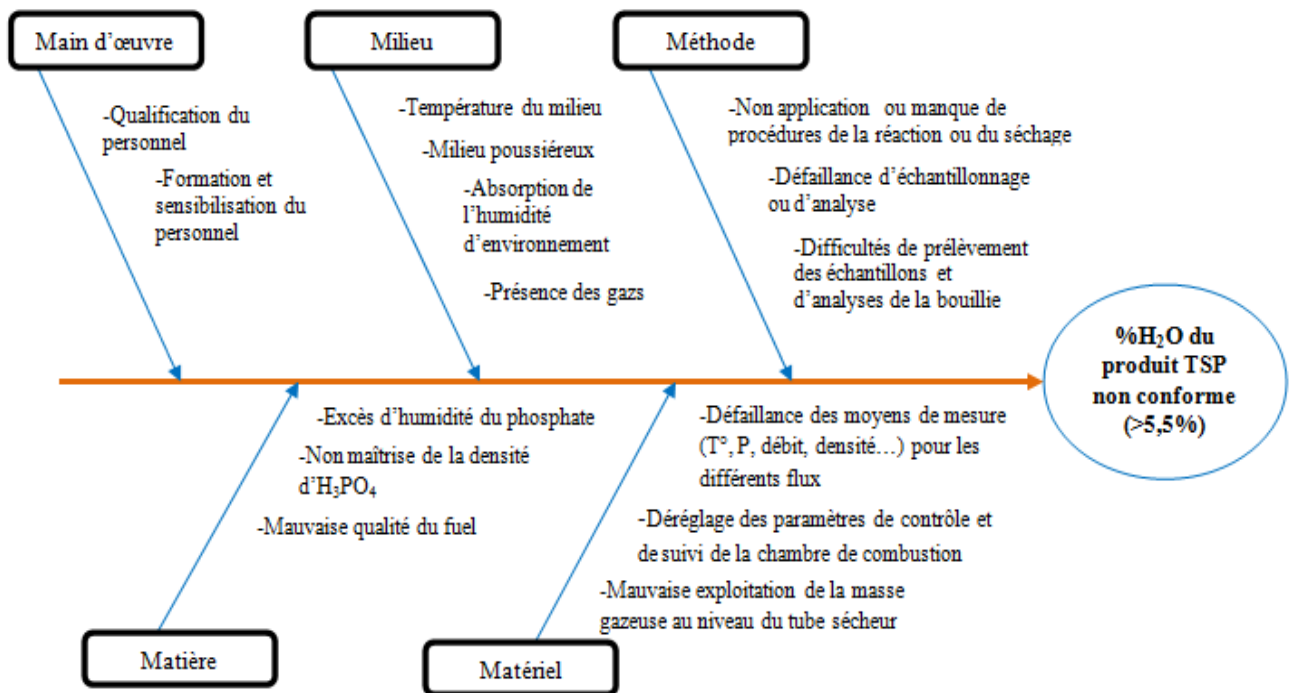


Figure 10. Diagramme d'Ishikawa des causes influençant sur l'humidité du produit TSP

b. Température de la réaction

La température de la réaction au sein de la cuve d'attaque doit être maintenue aux alentours de 104°C. Une élévation de température entraîne l'évaporation d'eau au niveau de la cuve d'attaque et par conséquent l'humidité de la bouillie diminue et son écoulement deviendra difficile, par contre, une baisse de température cause un excès de l'humidité de la bouillie, ce qui entraînera la formation des surgranulés au niveau du granulateur et l'augmentation de la consommation du fuel au séchage afin de ramener le produit à son humidité modérée.

c. Température du tube sécheur

La température du tube sécheur doit être maintenue à environ 94°C. Au cas d'augmentation de la température, cela entraînera une évaporation intense de l'humidité du produit ce qui n'est pas satisfaisant ni pour le client ni pour le producteur, d'autre part, cela va consommer beaucoup de fuel et donc générer un coût supplémentaire.

Concernant les points qui ont franchi les limites de contrôle, nous constatons qu'au niveau du séchage, la température du tube sécheur était supérieure par rapport aux autres jours ce qui a provoqué une baisse d'humidité comme nous pouvons le constater dans le tableau 1. Dans ce cas, il faut agir et contrôler ces paramètres afin d'éviter toute baisse ou toute augmentation qui influencera par la suite sur la qualité du produit.

Paramètre de marche	5 Janvier 2016	25 Janvier 2016	3 Février 2016	17 Février 2016	29 Février 2016	15 Mars 2016	30 Mars 2016
Température sécheur °C	94,7	95	94,8	95,1	95,6	94	95

Tableau 1. Impact de la température du sécheur sur l'humidité du produit TSP

d. Densité d'acide phosphorique

L'acide phosphorique provient de l'atelier phosphorique I avec une densité de 1500, ce facteur est corrigé jusqu'à obtenir une densité de 1480 environ par ajout d'eau de dilution. Une densité élevée a un effet négatif sur le bilan d'eau. Il y aura une diminution de l'humidité de la bouillie et par conséquent son écoulement deviendra difficile, de surcroît, il y aura des poussières au niveau de la production ce qui va influencer négativement sur la qualité du produit. Par contre, une densité faible présente à son tour un effet néfaste sur la qualité du produit. Il y aura une augmentation de l'humidité de la bouillie ce qui favorise la formation de surgranulés à la sortie du granulateur.

Les figures 11 et 12 montrent la variation de la densité d'acide phosphorique et son influence sur l'humidité du produit fini.

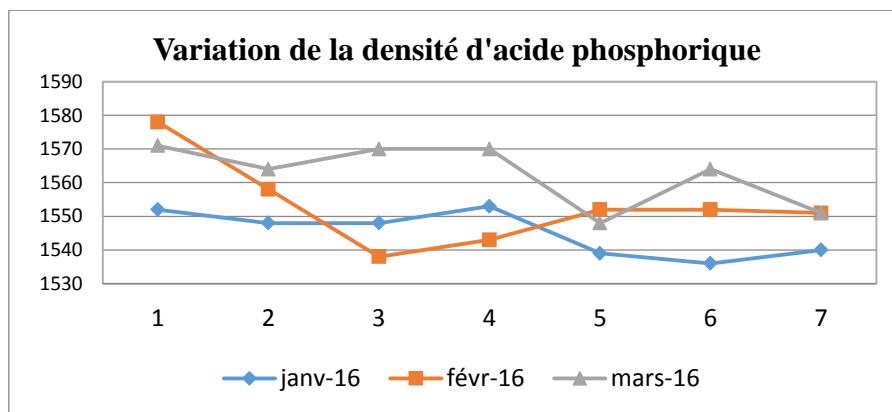


Figure 11. Variation de la densité d'acide phosphorique H_3PO_4

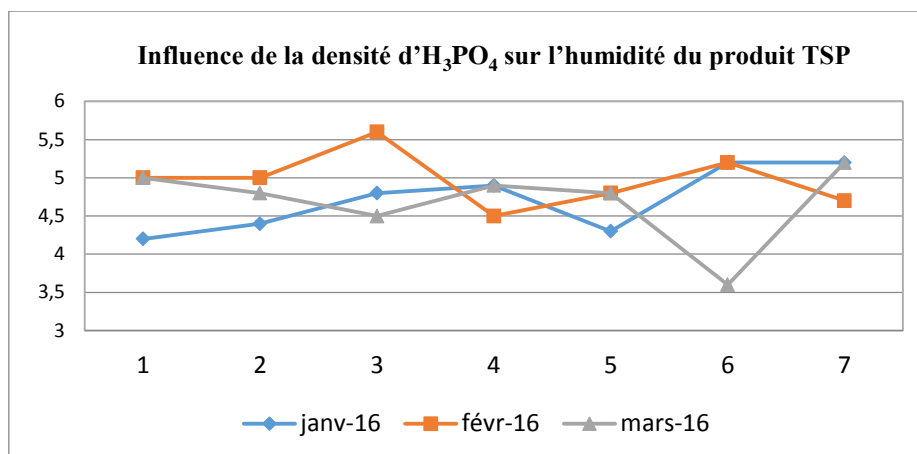


Figure 12. Influence de la densité d'H₃PO₄ sur l'humidité du produit TSP

Afin d'étudier l'influence de la densité d'acide phosphorique sur l'humidité du produit, nous avons pris 7 jours de chaque mois Janvier, Février et Mars 2016 afin de faciliter l'observation. D'après les deux figures 11 et 12, nous constatons qu'une densité élevée d'acide phosphorique entraîne une diminution de l'humidité du produit, cela est remarqué pour le jour 6 du mois Mars ayant une densité de 1564 et d'une humidité de 3,6%.

e. Influence de l'humidité du phosphate sur l'humidité du produit TSP

La figure 13 montre l'influence de l'humidité du phosphate sur l'humidité du produit fini.

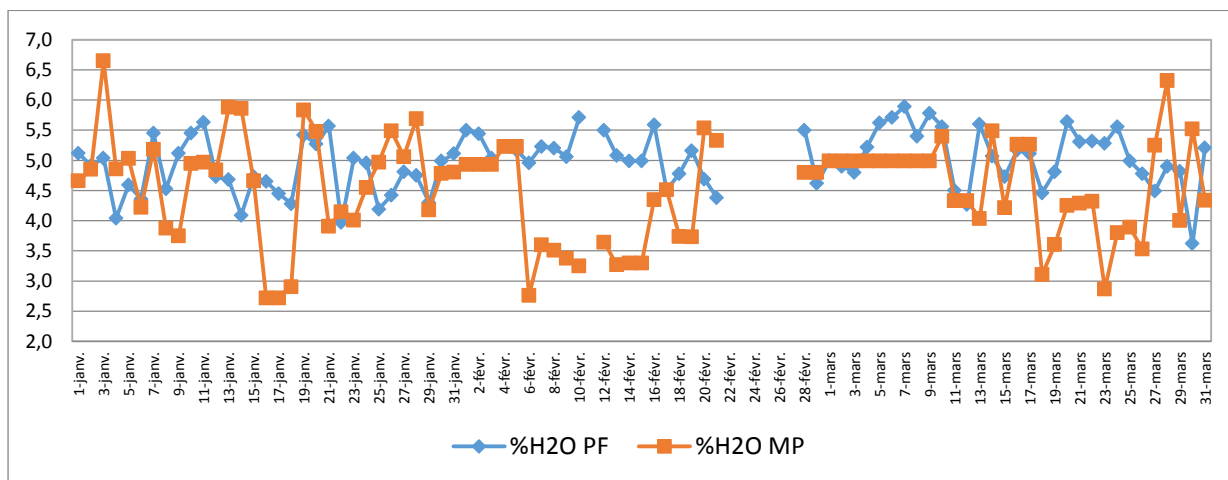


Figure 13. Influence de l'humidité du phosphate sur l'humidité du produit TSP

Après l'observation de la figure 13, nous constatons que l'humidité du phosphate broyé n'influe pas remarquablement sur l'humidité du produit fini, vu qu'il existe d'autres facteurs qui peuvent l'augmenter ou la baisser comme nous avons cité précédemment, lorsqu'il s'agit du réglage des paramètres tels que la température de la réaction ou la température du tube sécheur ainsi que la densité d'acide phosphorique.

2. Analyse du taux d'acide libre du produit TSP

2.1. Conformité du taux d'acide libre du produit TSP

Comme pour le taux d'humidité, le taux d'acide libre doit être également contrôlé et ne dépasse pas 5,96% en produit fini à la sortie de la ligne de production.

La figure 14 illustre la variation de l'acide libre du produit fini pendant le premier trimestre de l'année 2016.

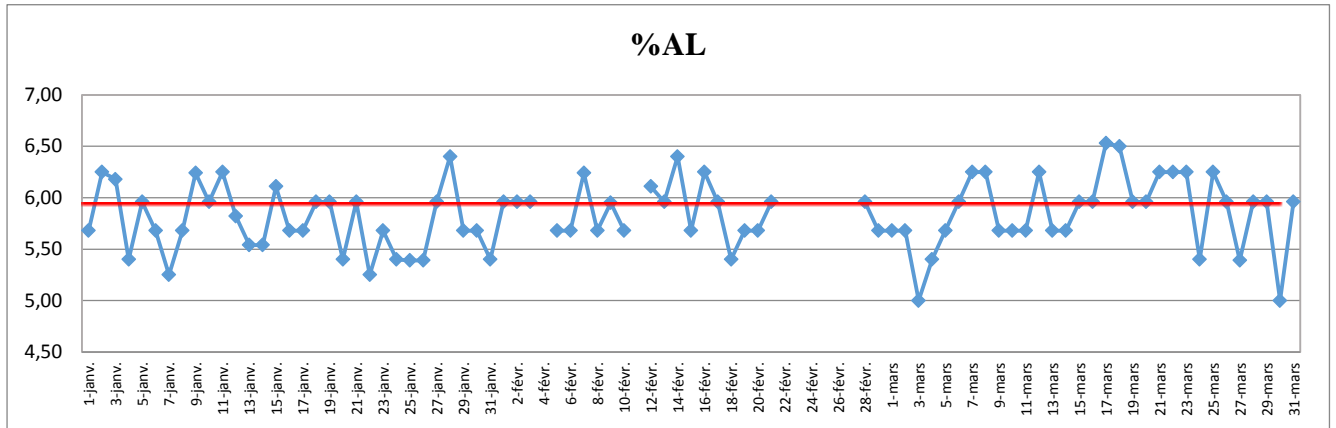


Figure 14. Variation de l'acide libre du produit TSP pendant le premier trimestre de l'année 2016

Nous constatons selon la figure 14, que la majorité des productions journalières du dernier trimestre dépassent le seuil d'acide libre exigé avec un taux élevé de 6,4% durant le mois de Janvier et Février et de 6,53% durant le mois Mars.

Le taux de conformité par rapport à l'acide libre est : % TC= 78,02

Nous pouvons en déduire que le taux de conformité par rapport à l'acide libre du produit fini du premier trimestre de 2016 est acceptable, sans oublier la présence des points non conformes qui nécessitent des actions correctives pour les éviter.

2.2. Carte de contrôle du taux d'acide libre du produit TSP

L'attaque du phosphate broyé par l'acide phosphorique se fait par diffusion des ions H^+ d'acide phosphorique vers la surface des grains, viens ensuite la réaction entre l'acide phosphorique et les grains du phosphate et après la diffusion des produits de la réaction en solution jusqu'à saturation. Une certaine quantité d'acide phosphorique n'entre pas dans la réaction, c'est le taux d'acide libre, et comme nous avons cité précédemment, elle ne doit pas excéder 5,96% à la sortie de la ligne de production.

La figure 15 présente la carte de contrôle du taux d'acide libre du produit TSP à la sortie de la ligne de production pendant le premier trimestre de 2016.

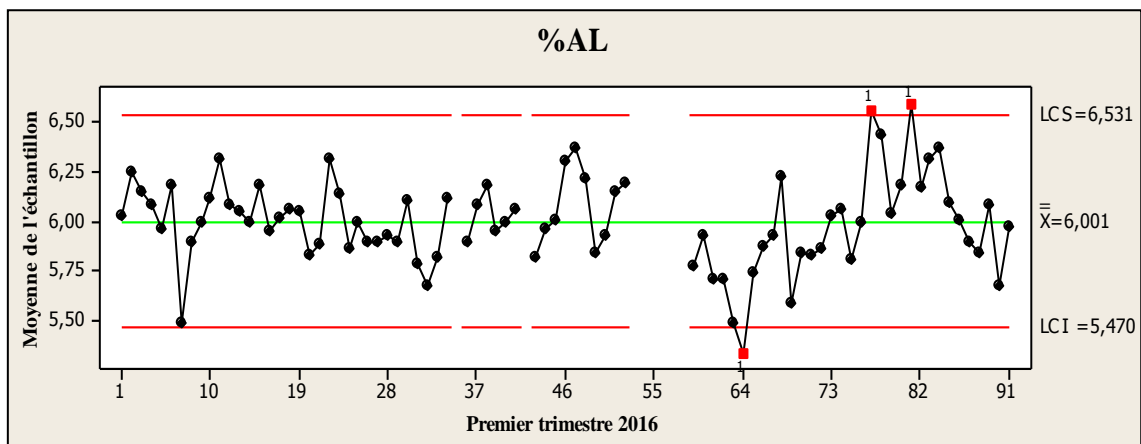


Figure 15. Carte de contrôle du taux d'acide libre du produit TSP

D'après la carte de contrôle du taux d'acide libre, nous remarquons une répartition non stable des points. Nous constatons l'existence des 3 points hors limites du mois Mars ainsi que l'existence des points très rapprochés de la limite centrale, c'est-à-dire une concentration de points autour de la ligne de limite de contrôle, ainsi que l'existence des points successifs en dessus et en dessous de la limite centrale, cela est remarqué durant les 3 mois, outre cela, une suite positive de 7 points constamment croissante durant le mois de Mars indiquent que la courbe présente donc une tendance. Ces constatations révèlent à un procédé de fabrication présentant une anomalie.

La capacité du procédé est égale à : $C_p = \frac{T_s - T_i}{6s} = 0,80$

$1 > C_p > 0,67$: insuffisant, cela révèle à l'existence de non conformes, il apparaît important de contrôler et d'analyser le processus et si possible l'améliorer.

Comme nous avons cité précédemment, un procédé maîtrisé et stable ne présente pas une concentration des points, une tendance croissante ou décroissante ou encore une suite de points, mais il ne l'est pas dans ce cas, le procédé est alors non stable.

2.3. Synthèse

En dépit de la conformité du produit fini pendant le premier trimestre de 2016, le procédé de fabrication du produit TSP s'est avéré instable par rapport à l'acide libre. D'où la nécessité de déterminer les causes de cette constatation.

2.4. Facteurs influençant sur le taux d'acide libre du produit TSP

a. Diagramme des causes-effet (ou d'Ishikawa) du produit TSP

La figure 16 schématise le diagramme d'Ishikawa des causes relatives à la main d'œuvre, au milieu, à la méthode, à la matière et au matériel du procédé de fabrication du produit TSP et qui sont relatives à la non-conformité de ce produit par rapport au taux d'acide libre.

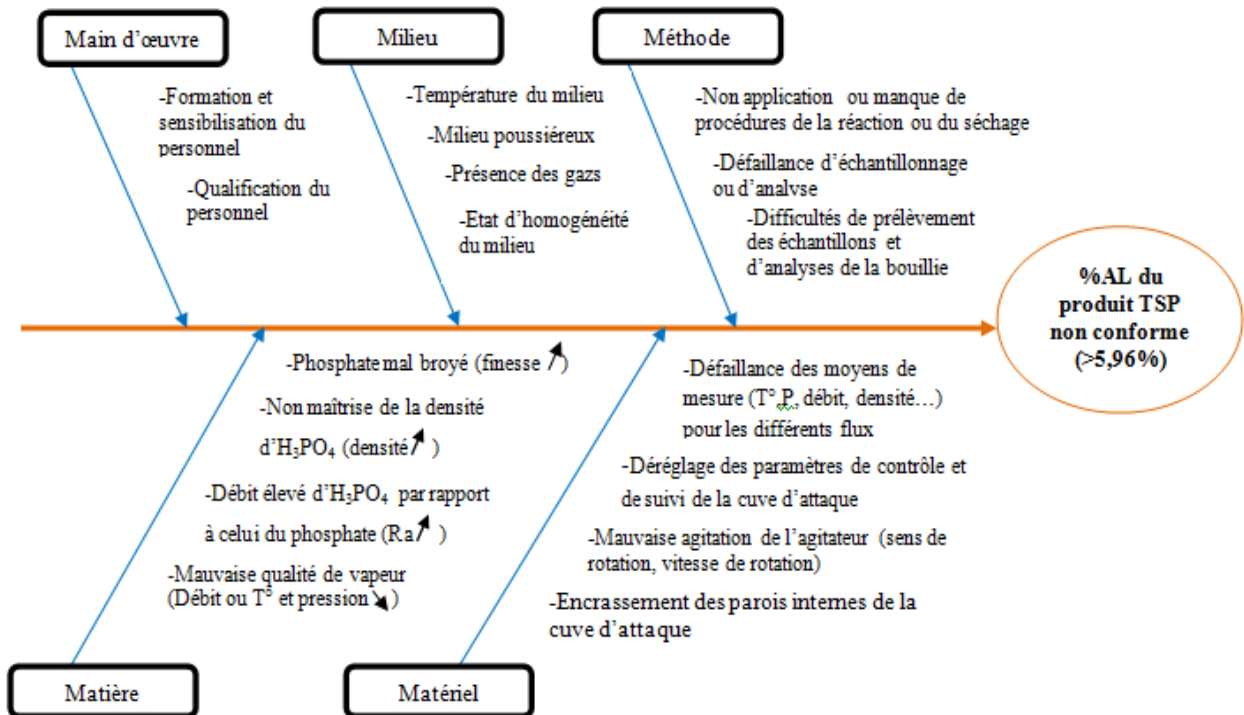


Figure 16. Diagramme d'Ishikawa des causes influençant sur le taux d'acide libre du produit TSP

b. Finesse des grains du phosphate broyé

L'attaque du phosphate broyé par l'acide phosphorique se fait selon le mécanisme suivant : en premier lieu, il y a la diffusion des ions H^+ d'acide phosphorique vers la surface des grains, puis ensuite la réaction entre l'acide phosphorique et les grains du phosphate et après la diffusion des produits de la réaction en solution jusqu'à saturation.

On constate alors que l'attaque dépend de la surface spécifique des grains, et par conséquent de la finesse du phosphate qui influe sur le taux d'acide libre. Une mauvaise finesse du phosphate augmente le taux d'acide libre et diminue le taux du phosphate mono calcique, par contre, une bonne finesse de phosphate demande moins d'acide pour l'attaque et le taux en phosphate mono calcique sera élevé.

La figure 17 montre la variation de la finesse du phosphate broyé pendant les mois Janvier, Février et Mars de l'année 2016.

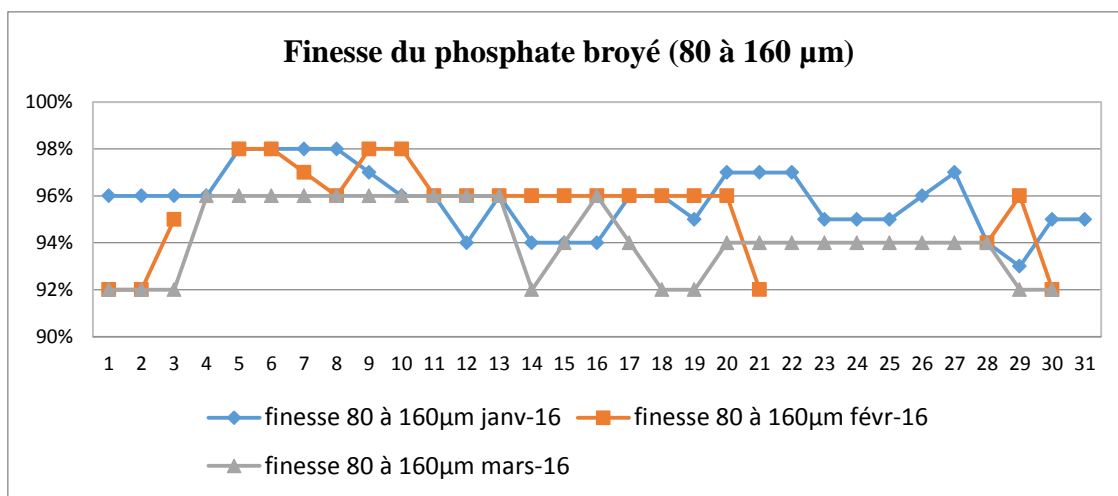


Figure 17. Variation de la finesse du phosphate broyé durant le premier trimestre de 2016

D'après la figure 17, nous voyons que durant les 3 premiers mois de l'année 2016, la finesse du phosphate broyé est bonne puisque le pourcentage des grains de 80 à 160µm est au-delà de 90%. Dans ce cas, la finesse du phosphate broyé est bonne et n'influe pas négativement sur le taux d'acide libre.

c. Rapport d'acidulation

Le rapport d'acidulation est le rapport entre l'acide phosphorique et le phosphate, il est défini par la relation suivante : $Ra = \frac{\% P2O5 \text{ acide}}{\% P2O5 \text{ phosphate}}$

Théoriquement, ce rapport est égal à 2. Pratiquement, ce rapport varie entre 2,4 et 2,6 à cause des impuretés apportées par les matières premières. Un rapport d'acidulation élevé est dû à un excès d'acide qui engendre une bouillie très fluide et par conséquent la formation des surgranulés, par contre, un rapport d'acidulation faible est dû à une insuffisance d'acide ce qui cause par la suite des non-conformités des caractéristiques chimiques, cela apparaît évident d'agir et de corriger la valeur de Ra.

d. Influence des impuretés du phosphate sur le taux d'acide libre du produit TSP

La figure 18 montre l'influence des éléments du phosphate (%H₂O, %CO₂, %SiO₂ et MgO) sur le taux d'acide libre du produit fini.

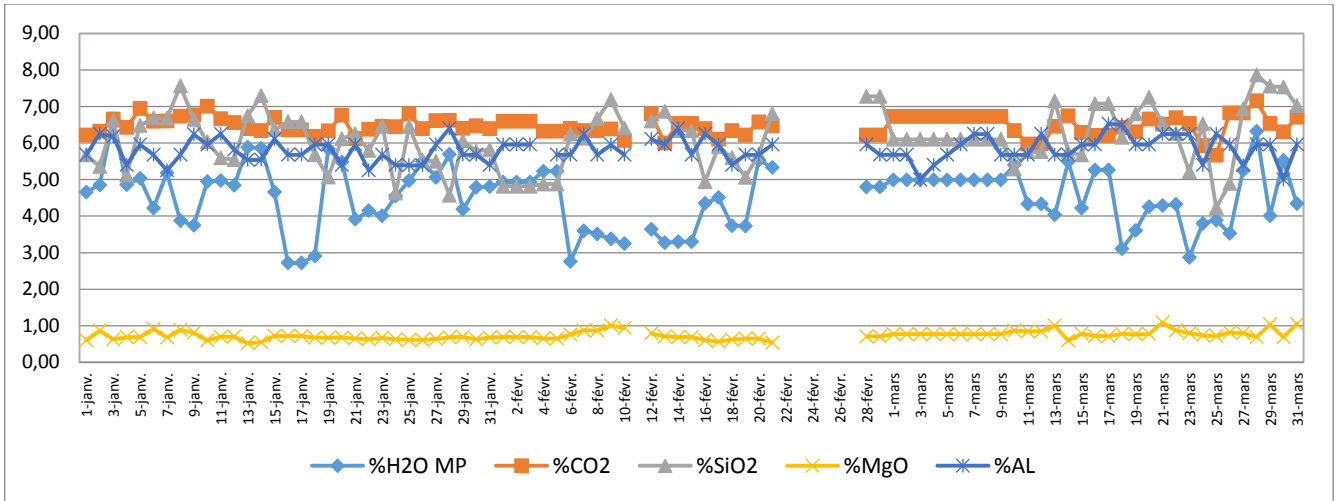


Figure 18. Influence des éléments du phosphate sur le taux d'acide libre du produit TSP

Après avoir observé la figure 18 ci-dessus concernant l'influence des éléments du phosphate sur le taux d'acide libre, nous constatons qu'un taux élevé de MgO et de SiO₂ entraîne remarquablement un taux élevé d'acide libre. Vu que la présence excessive de MgO et de SiO₂ rend la bouillie visqueuse et lui cause une mauvaise homogénéisation en présence de F⁻ qui reste emprisonné dans la bouillie et se combine avec pour former des composés notamment MgSiF₆, et par conséquent cela diminue la probabilité de contact entre les grains et l'acide phosphorique qui reste en excès.

3. Analyse du taux de P₂O₅ soluble du produit TSP

3.1. Conformité du taux de P₂O₅ soluble du produit TSP

Concernant le taux de P₂O₅ soluble, il ne doit pas dépasser 44,5% d'une part et ne pas baisser sur 43,5%, d'autre part selon les exigences du client.

La figure 19 indique la variation du taux de P₂O₅ du produit TSP durant le premier trimestre de l'année 2016.

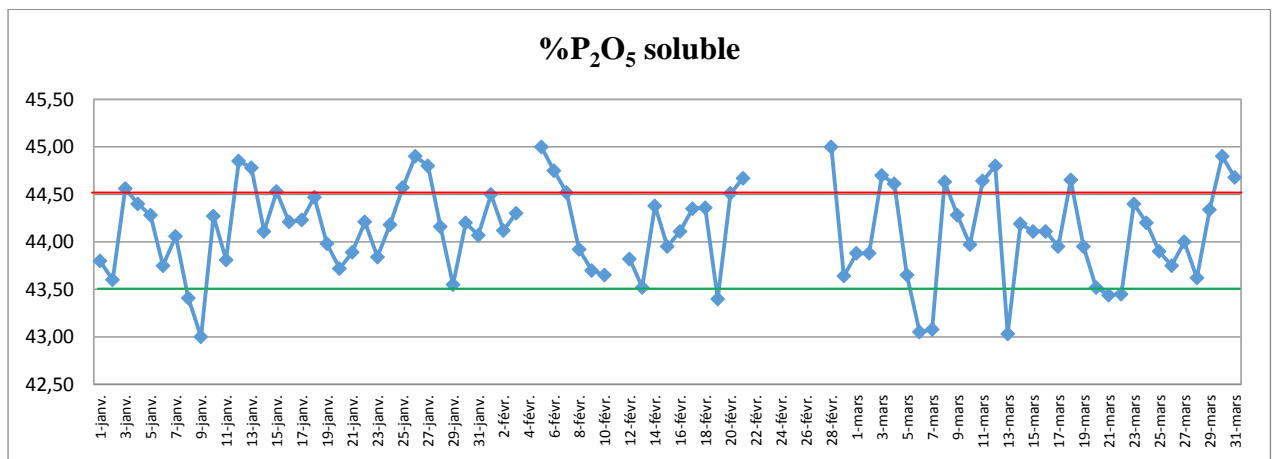


Figure 19. Variation du %P₂O₅ du produit TSP pendant le premier trimestre de l'année 2016

Selon la figure 19, nous constatons l'existence de plusieurs points qui ont dévié remarquablement sur les limites exigées du taux de P₂O₅ soluble, avec un taux élevé de 45% signalé durant le mois de Février ainsi qu'un taux bas de 43% dans le mois de Janvier. Nous ne pouvons pas avoir régulièrement un taux stable, elles existent toujours des variations.

Le taux de conformité par rapport au %P₂O₅ est : %TC = 70,33

Nous pouvons en déduire que les taux de conformité sont favorables avec la présence de non-conformités. Donc, Il s'avère primordial d'intervenir afin de déterminer les causes principales derrière l'alourdissement du taux d'humidité et d'acide libre et qui a influencé sur la conformité du produit, cela est fortement dû à des causes chimiques ou techniques dont nous avons discuter dans la partie qui suit ainsi que les plans d'intervention pour y surmonter.

3.2. Carte de contrôle du taux de P₂O₅ soluble du produit TSP

Le minerai du phosphate que nous visons valoriser est composé de plusieurs éléments à savoir : Ca₃(PO₄)₂, SiO₂, MgO, CO₂,... nous intéressons à convertir le phosphate tricalcique Ca₃(PO₄)₂ au phosphate mono calcique et bi-calcique assimilable par les plantes. Le taux de P₂O₅ soluble doit être entre 43,5 et 44,5%.

La figure 20 présente la carte de contrôle du taux de P₂O₅ soluble du produit fini à la sortie de la ligne de production durant le premier trimestre de 2016.

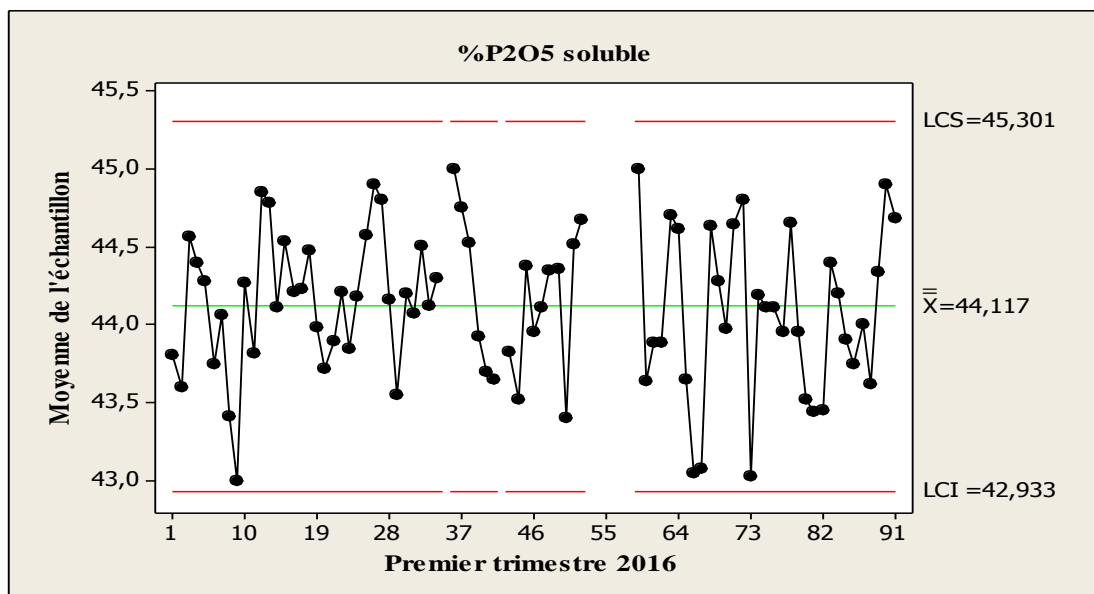


Figure 20. Carte de contrôle du taux de P₂O₅ soluble du produit TSP

En se basant sur la carte de contrôle du taux de P₂O₅ soluble (Figure 20), nous constatons des points qui se suivent constamment de manière croissante et décroissante notamment dans le mois de Février, donc la courbe présente une tendance, ainsi que des points qui s'accumulent autour de la moyenne, alors que d'autres s'éloignent de celle-ci et se rapprochent de la limite de contrôle inférieure.

La capacité du procédé est égale à : $C_p = \frac{T_s - T_i}{6s} = 0,82$

$1 > C_p > 0,67$: insuffisant, cela indique qu'il existe de non conformes, d'où la nécessité de contrôler et d'analyser le processus et si possible l'améliorer.

Ces concentrations autour des limites de contrôle et autour de la moyenne ainsi que l'existence de tendance croissante et décroissante font que le procédé présente une anomalie. Ce qui nous permet de dire que le procédé est non stable.

3.3. Synthèse

Malgré que la conformité du produit fini pendant le premier trimestre de l'année 2016, le procédé de fabrication du produit TSP s'est avéré instable par rapport au taux de P₂O₅ soluble. D'où il s'avère nécessaire de détecter les causes derrière cette constatation.

3.4. Facteurs influençant sur le taux de P₂O₅ soluble du produit TSP

a. Diagramme des causes-effet (ou d'Ishikawa) du produit TSP

La figure 21 présente le diagramme d'Ishikawa des causes liées à la main d'œuvre, au milieu, à la méthode, à la matière et au matériel du procédé de fabrication du produit TSP et qui sont relatives à la non-conformité de ce produit par rapport au taux de P₂O₅ soluble.

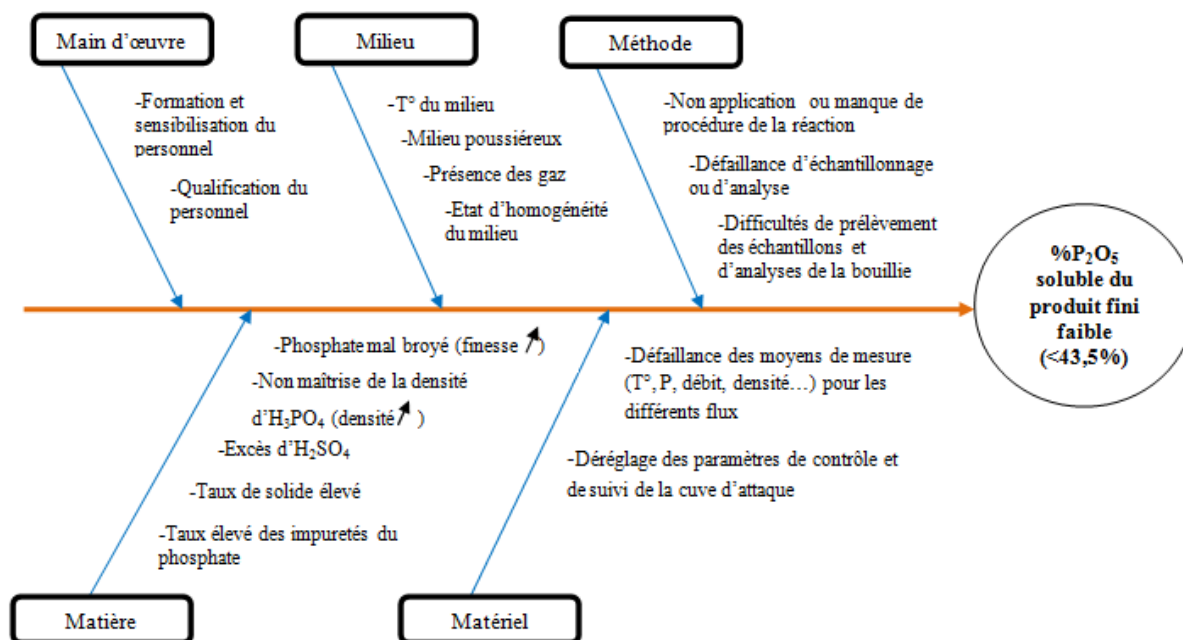


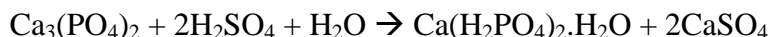
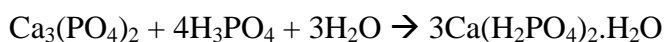
Figure 21. Diagramme d'Ishikawa des causes influençant sur l'humidité du produit TSP

b. Influence de l'acide sulfurique H₂SO₄ sur le taux de P₂O₅ soluble du produit fini

L'acide phosphorique est obtenu par attaque du phosphate par l'acide sulfurique. Dans le milieu réactionnel, une certaine quantité d'acide sulfurique entre dans la réaction avec l'acide phosphorique. Dans ce cas, la présence d'H₂SO₄ a une influence sur le taux de P₂O₅ soluble du produit fini. A

La présence excessive d' H₂SO₄ dans le mélange réactionnel provoque une diminution du pourcentage en phosphate mono-calcique puisque cet acide entre en réaction avec le phosphate ce qui influe par la suite sur la composition du produit TSP. (Tableau 2)

Les réactions qui peuvent avoir lieu sont :



Date	%P ₂ O ₅ acide	H ₂ SO ₄ (g/l)	%P ₂ O ₅ soluble
Janvier 2016	42,69	44,74	44,14
Février 2016	43,54	42,48	44,22
Mars 2016	43,79	40,78	44,48

Tableau 2. Influence de l'acide sulfurique sur la qualité chimique du produit TSP

D'après les résultats du tableau 2, nous confirmons qu'un taux élevé d' H₂SO₄ cause la diminution du pourcentage P₂O₅ soluble du produit fini.

c. Influence des éléments du phosphate sur le taux de P₂O₅ du produit TSP

La figure 22 montre l'influence des éléments du phosphate (%H₂O, %CO₂, %SiO₂ et %MgO).

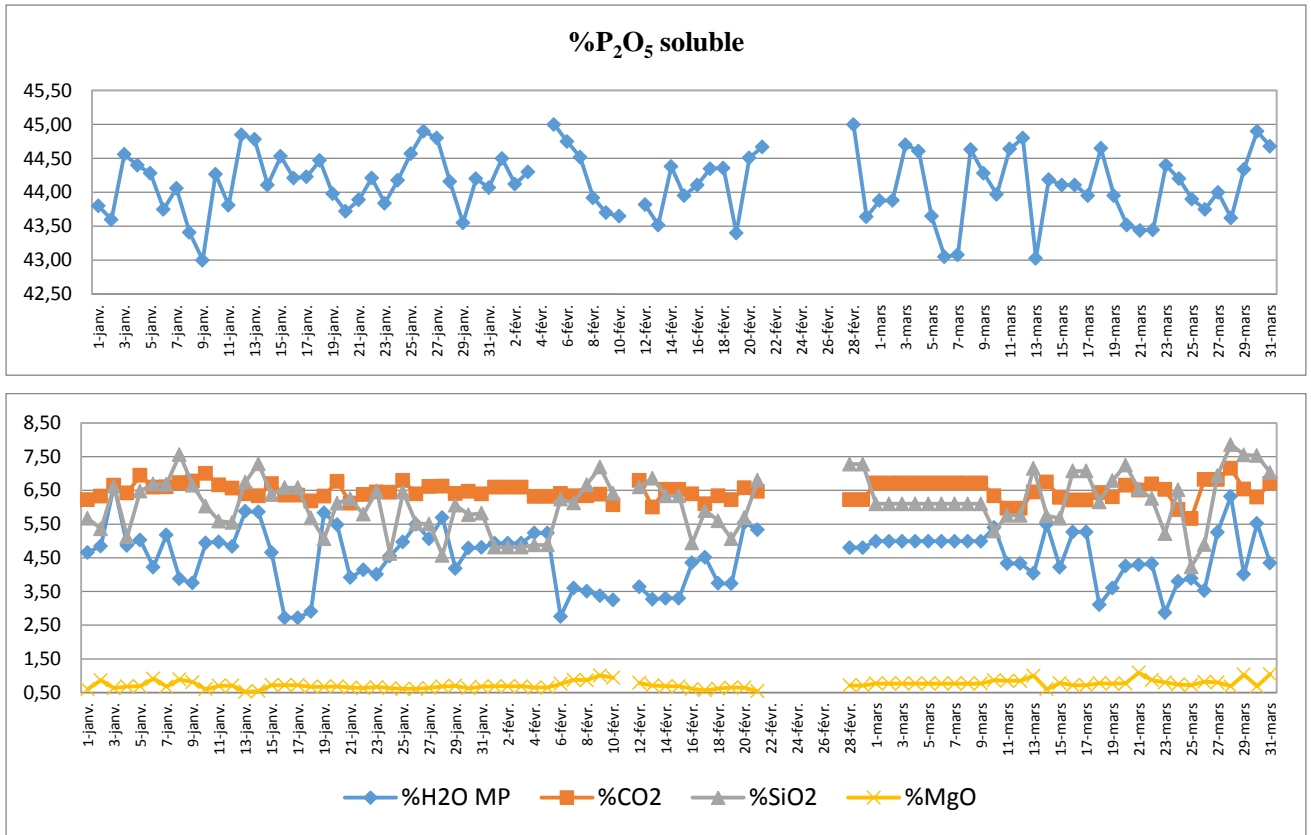


Figure 22. Influence des éléments du phosphate sur le taux de P₂O₅ soluble du produit TSP

En constatant la figure 22, nous pouvons dire qu'une augmentation du taux de MgO et de SiO₂ de la matière première peut entraîner une diminution de la teneur en P₂O₅ du produit. Cette faiblesse en P₂O₅ du produit fini est due à la pauvreté du phosphate en P₂O₅. Comme on a cité précédemment pour le taux d'acide libre, un taux élevé de MgO et SiO₂ diminue la probabilité de contact entre les grains et l'acide phosphorique ce qui influe sur le phosphate mono-calcique et par conséquent le taux de P₂O₅ soluble.

d. Rapport d'acidulation

Le rapport d'acidulation, c'est-à-dire, le rapport entre l'acide phosphorique et le phosphate comme on a cité précédemment $Ra = \frac{m(P2O5) \text{ acide}}{m(P2O5) \text{ phosphate}}$ est un bon indicateur sur la richesse du phosphate en P₂O₅. Par exemple, un rapport d'acidulation élevé nous renseigne qu'il y a un excès en acide phosphorique dû à la pauvreté du phosphate en P₂O₅.

La richesse en P₂O₅ de la matière première et plus particulièrement celui du phosphate permet d'obtenir un produit fini riche en P₂O₅ et généré un coût minimal.

Le tableau 3 et la figure 23 montrent respectivement les résultats d'analyse de phosphate et du produit TSP ainsi que la variation du taux d'humidité, d'acide libre, du P₂O₅ soluble selon le taux de P₂O₅ sur sec (ss) et tel qu'il est (tq) de la matière première.

	%P ₂ O ₅ MP	%H ₂ O PF	%AL PF	%P ₂ O ₅ soluble PF	Ra
4-janv-2016	29,77	4,00	5,40	44,40	2,71
6-janv-2016	28,84	4,4	5,68	43,75	2,91
15-janv-2016	28,41	4,7	6,11	44,53	3,16
10-févr-2016	28,18	5,71	5,68	43,65	2,96
12-févr-2016	28,34	5,50	6,11	43,82	3,05
20-févr-2016	28,38	4,69	5,68	44,51	2,97
4-mars-2016	28,46	5,22	5,4	44,61	2,97
7-mars-2016	28,46	5,4	6,25	43,08	3,59
30-mars-2016	27,30	3,62	5	44,9	2,71

Tableau 3. Résultats des analyses du phosphate et du produit TSP

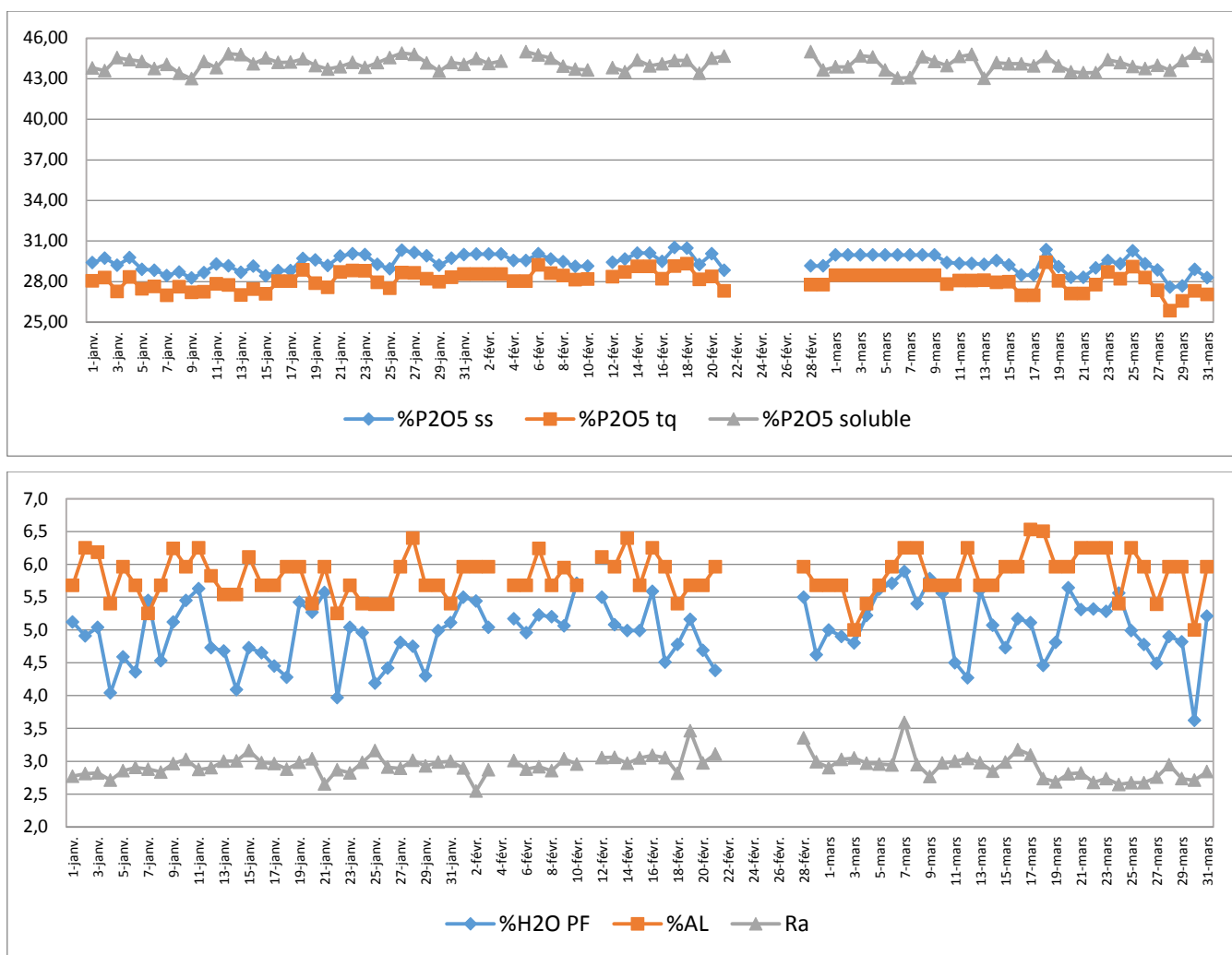


Figure 23. Variation du %H₂O, %AL et %P₂O₅ soluble du produit TSP selon le %P₂O₅ du phosphate

En constatant les résultats du tableau 4 et la figure 23, nous pouvons noter qu'un taux d'acidulation élevé réfère à une baisse de la teneur de P₂O₅ du phosphate qui atteint dans notre cas le 3 (au lieu de 2,7).

Cela exige un ajout supplémentaire d'acide phosphorique afin de compenser le manque en P₂O₅ du phosphate dans des limites à ne pas affecter le procédé de granulation et de séchage par excès d'eau en provenance d'acide. Nous avons intérêt à agir sur la concentration d'acide que sur le débit.

II. Analyse granulométrique du produit TSP

Comme pour l'analyse chimique, l'analyse granulométrique a des exigences spécifiées selon les standards AFCOME. Le tableau 4 présente les tranches granulométriques exigées pour chaque fraction en mm selon les standards citées précédemment.

Fractions en mm	Tranches granulométriques	
	Min (%)	Max (%)
Fraction < 1mm	0	0,25
1mm < Fraction <2mm	1	4
2mm < Fraction < 3,15mm	24	36
3,15mm < Fraction < 4mm	48	62
4mm < Fraction < 5mm	5	8
Fraction > 5mm	0	0,5

Tableau 4. Caractéristiques granulométriques selon les standards AFCOME

Dans cette analyse granulométrique, nous nous sommes intéressés au premier trimestre de l'année 2016. Comme le produit fini doit avoir une granulométrie bien précise, nous avons focalisé sur les deux fractions citées dans le tableau 4.

Commercialement, nous résumons les exigences à la fraction suivante 2,5 et 4mm avec un pourcentage de 80 à 90%.

1. Conformité de la granulométrie du produit TSP

La figure 24 présente la variation de la granulométrie du produit fini pendant les 3 premiers mois de l'année 2016.

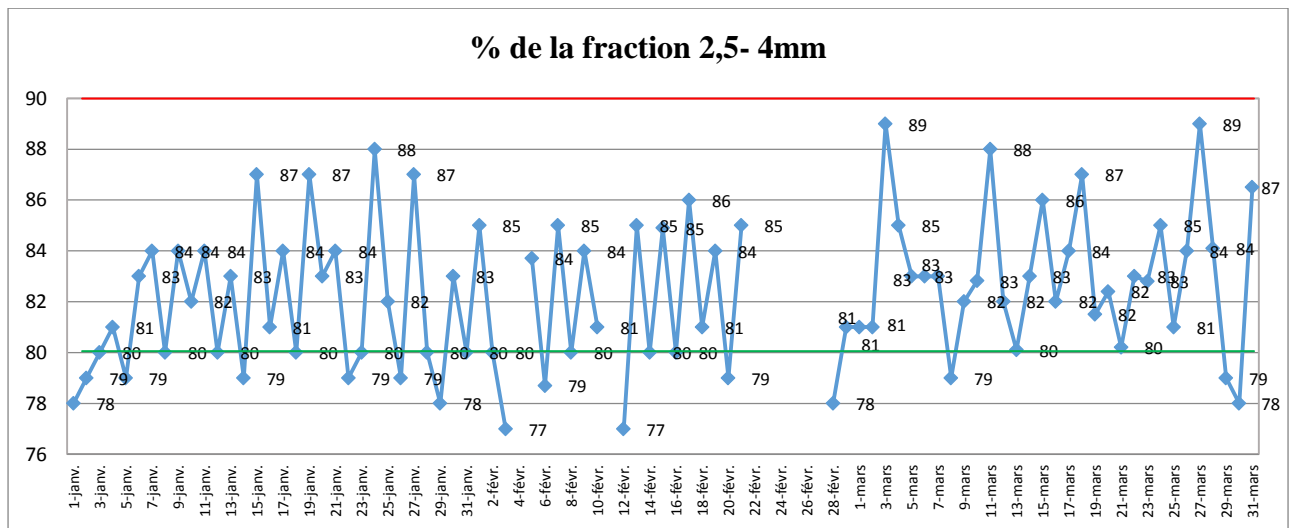


Figure 24. Variation de la granulométrie du produit TSP durant le premier trimestre de l'année 2016

D'après la figure 24, nous remarquons que la granulométrie du produit TSP durant les 3 premiers mois de l'année 2016 dérive légèrement du seuil exigé à 80% avec des pourcentages variant de 77 à 79%.

Le taux de conformité du dernier trimestre de l'année 2015 est : % TC= 83,97

Nous pouvons déduire que la granulométrie du produit TSP est conforme avec l'existence de quelques points dérivant du seuil exigé mais qui ne sont pas critiques.

2. Carte de contrôle de l'analyse granulométrique du produit TSP

La figure 25 présente la carte de contrôle de l'analyse granulométrique du produit fini durant le premier trimestre de l'année 2016.

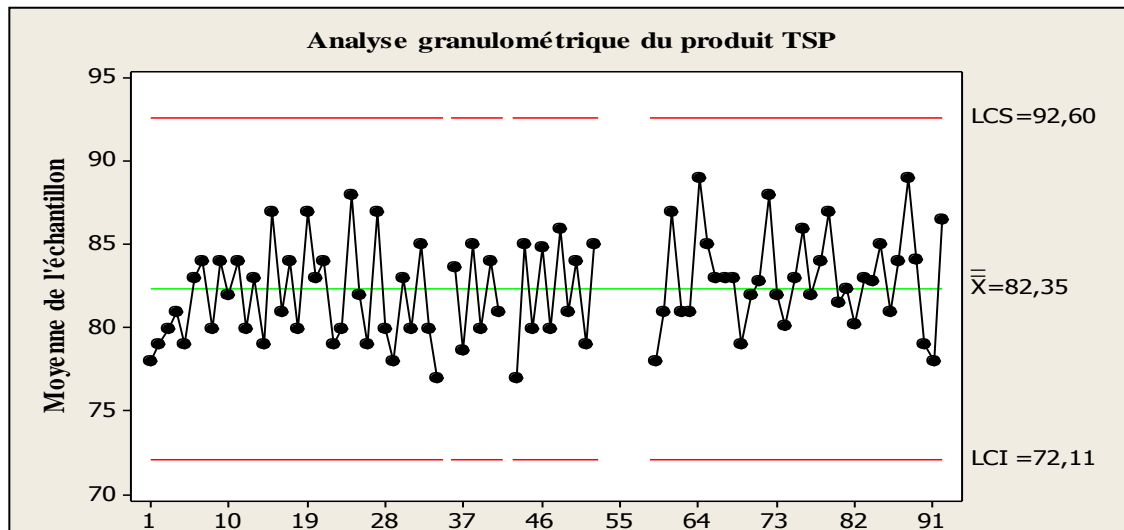


Figure 25. Carte de contrôle de l'analyse granulométrique du produit TSP

D'après la carte de contrôle de la granulométrie, on constate que tous les points se situent dans les limites de contrôle et ne présentent pas une suite de points, une tendance croissante ou décroissante ou des formes particulières à l'exception de quelques points qui se rapprochent de la moyenne mais ne reflète pas à un état critique.

Vu que les points se situent dans les limites de contrôle et il y a aucune suite de points qui a une forme particulière ou la présence d'une tolérance croissante ou décroissante ou encore des concentration autour des lignes, on peut dire que le procédé ne présente pas d'anomalies critiques et cela nous permet de dire que le procédé est stable sans négliger les points ayant une légère variation par rapport aux autres points.

La capacité du procédé est égale à : $C_p = \frac{T_s - T_i}{6s} = 1,16$

$1 < C_p < 1,33$: on peut dire que le procédé est stable par rapport à la granulométrie.

3. Facteurs influençant sur la granulométrie du produit TSP

A l'entrée du granulateur, la bouillie provenant de la cuve d'attaque rencontre le produit de recyclage issu de la boucle de granulation (transporteurs vibrants, cribles, broyeurs et bande de recyclage), cela constitue le support de granulation.

La granulométrie du produit à la sortie du granulateur dépend notamment de :

- La qualité granulométrique du produit de recyclage ;
- Le débit et l'humidité du produit de recyclage ;
- Le débit et l'humidité de la bouillie ;
- La distribution du produit de recyclage et de la bouillie à l'intérieur du granulateur.

A l'intérieur du granulateur qui est animé d'un mouvement de rotation (8 tr/mn), le produit de recyclage mélangé avec la bouillie pulvérisée prennent une trajectoire bien définie qui permet l'enroulement des grains sur eux-mêmes et à travers les étapes suivantes (nucléation, stratification et agglomération), la tranche granulométrique prescrite est atteinte.

a. Diagramme causes-effet (ou d'Ishikawa) du produit TSP

La figure 26 présente le diagramme causes-effet des différents causes liés à la main d'œuvre, au milieu, à la méthode, à la matière et au matériel du procédé de fabrication du produit TSP et qui ont un effet sur la granulométrie de ce produit.

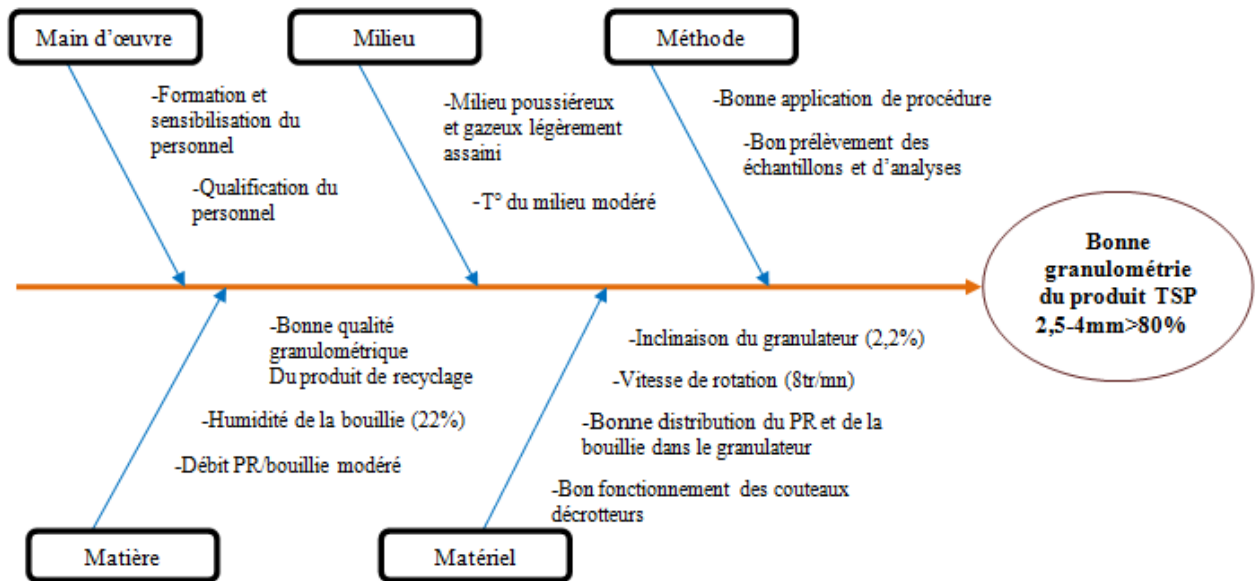


Figure 26. Diagramme d'Ishikawa des causes influençant sur la granulométrie du produit TSP

b. Produit de recyclage

- **Qualité granulométrique** : la granulométrie du produit de recyclage constitue un élément incontournable pour une bonne granulométrie du produit fini. Elle est constituée principalement de fines et de poussières (<2mm) pour être capable de recevoir les pellicules de bouillie et de se granuler conformément aux exigences.
- **Humidité** : dont son indicateur de suivi est la température du produit fini ($\approx 80^{\circ}\text{C}$), cette température permet à la bouillie de se fixer aisément sur le produit de recyclage.
- **Débit de recyclage** : le recyclage est conditionné par son débit qui doit être dans des proportions bien définies par rapport au débit de la bouillie, ceci pour assurer la granulation. Pour le TSP soit K un rapport tel que : $K = \frac{QR}{QB}$ où K ~ 4 avec QR et QB sont respectivement le débit de recyclage et le débit de la bouillie.

Si K est trop élevé, il y aura donc une surcharge du produit de recyclage, ce qui peut entraîner une mauvaise granulation. Si K est faible, le produit de recyclage sera fortement humecté par la bouillie et il y aura formation des mottes, ce qui peut boucher le circuit.

c. Bouillie

- **Débit de la bouillie** : c'est le débit de la bouillie qui permet de définir le débit de recyclage selon le rapport $K = \frac{QR}{QB}$ de façon à ne pas agir de manière négative sur la granulométrie du produit.
- **Humidité de la bouillie** : l'humidité de la bouillie (22%) dont son indicateur de suivi est la température du milieu réactionnel. Elle est considérée comme un liant qui permet l'adhérence de la bouillie à la surface du produit recyclé.
- **Distribution du produit de recyclage et de la bouillie au sein du granulateur** : La distribution du produit de recyclage est assurée par la formation d'un lit ayant une trajectoire bien définie selon le mouvement du granulateur qui est capable d'accueillir une bouillie bien distribuée et étalée afin d'avoir un mélange homogène ayant une granulométrie préconisée par le procédé.

Partie IV
Elaboration du plan d'action pour remédier
aux anomalies constatées

Cette partie concerne l'élaboration du plan d'action qui porte sur les actions correctives et techniques afin de remédier aux anomalies constatées.

Après avoir fait une étude de la qualité du produit TSP en se basant sur les résultats des analyses de la matière première et celles du produit fini et en tenant compte les paramètres de marche du procédé, nous avons pu déduire les facteurs les plus affectant la qualité du produit TSP et cela pour mener les actions correctives et techniques adéquates pour les surmonter.

I. Actions correctives

Le tableau 5 présente les anomalies observées et les actions correctives à appliquer.

Les anomalies observées	Les actions correctives du produit fini (sortie ligne)
Taux d'humidité élevé du produit fini	<ul style="list-style-type: none"> - Isolement du lieu de stockage afin d'éviter la contamination du produit déjà stocké - Gestion et traitement du produit non conforme dû à l'humidité - Suivi de l'évolution de l'humidité du produit NC - Grattage et recyclage des boues générées à la surface du stock NC
Taux d'acide libre élevé du produit fini	<ul style="list-style-type: none"> - Isolement du lieu de stockage afin d'éviter la contamination du produit déjà stocké - Gestion et traitement du produit non conforme dû à l'acide libre - Suivi de l'évolution de l'acide libre du produit NC - Grattage et recyclage des boues générées à la surface du stock NC
Taux de P ₂ O ₅ soluble faible du produit fini	<ul style="list-style-type: none"> - Isolement du lieu de stockage afin d'éviter la contamination du produit déjà stocké et bien identifié - A défaut d'une action de correction par mélangeage avec un produit sur titré, le recycler vers la fabrication

Tableau 5. Actions correctives à appliquer pour remédier aux anomalies détectées

II. Actions techniques

Le tableau 6 présente les actions techniques à appliquer selon les anomalies constatées.

Constatacion	Causes	Conséquences	Actions	Mode d'action
Réaction				
Densité H₃PO₄ élevée	Insuffisance d'eau de dilution	- Mauvais écoulement de la bouille -Bouchage des équipements -Circuit poussiéreux	Ajout d'eau de dilution	-Instaurer une chaîne de régulation entre l'ACP/ECA et l'eau de réglage de la densité (eau de dilution)
Densité H₃PO₄ faible	Excès d'eau de dilution	-Bouillie trop fluide -Présence de sur granulés	Diminuer l'eau de dilution	
Température de la cuve d'attaque élevée	-Excès de la vapeur d'eau -T° de vapeur élevée -Mauvais tirage du système d'assainissement -Bouchage des injecteurs de vapeur	-Evaporation intense de l'eau de la réaction -Mauvais écoulement de la bouille -Circuit poussiéreux -Mauvaise diffusion de la vapeur à l'intérieur du réacteur	-Réduire le débit de vapeur -Stabiliser et exiger les paramètres de marche de température et de vapeur	-Instaurer un moyen de mesure de la dépression au niveau du circuit d'assainissement -Contrôle systématique de l'état des injecteurs de vapeur (bouchage, usure,...)
Température de la cuve d'attaque basse	-Insuffisance de vapeur -T° de vapeur basse -Mauvaise diffusion de la vapeur à l'intérieur du réacteur	-Mauvaise attaque -Refroidissement de la bouille	-Augmenter le débit de vapeur -Stabiliser et exiger les paramètres de marche de température et de vapeur	
Rapport d'acidulation élevé	-Excès de l'acide phosphorique -Densité d'ACP élevée	-Taux élevé d'acide libre -Bouillie trop fluide -Présence de sur granulés -Titre en P ₂ O ₅ du PF faible	-Réduire le débit d'acide phosphorique -Ajuster le rapport d'acidulation -Réglage de la densité d'ACP	
Rapport d'acidulation faible	-Insuffisance de l'acide phosphorique -Densité d'ACP faible	-Mauvais écoulement de la bouille -Bouchage des équipements -Circuit poussiéreux -Titre en P ₂ O ₅ du PF élevé	-Augmenter la concentration d'H ₃ PO ₄ -Ajuster le rapport d'acidulation -Réglage de la densité d'ACP	-Fiabiliser d'une manière continue les moyens de mesure (dosomètre, débitmètre) de débit d'ACP et du phosphate avec une fréquence élevée des analyses physico-chimiques du PF et matière première

Granulation et produit de recyclage				
Débit élevé du produit de recyclage (PR)	-Circuit poussiéreux -Circuit sur granulés -Mauvais fonctionnement des cribles et des broyeurs	-Mauvaise granulation -Surcharge du granulateur -Diminution du rendement -Diminution du temps de séjour	-Diminuer le débit du produit de recyclage -Agir selon les causes	-Analyser la granulométrie du produit à la sortie du granulateur -Faire sortir les causes probables et agir en conséquence
Débit faible du produit de recyclage	-Mauvais fonctionnement des cribles et des broyeurs -Dimension des ouvertures des toiles des cribles non conformes -Toiles des cribles encrassés	-Produit sur granulé -Surcharge des broyeurs -Marche humide -Encrassement des équipements	-Ajuster la cadence en fonction du débit de recyclage -Agir selon les causes	
Formation des mottes à la sortie du granulateur	-Mauvaise distribution de la bouillie -Bouillie très fluide	-Formation des gros grains -Surcharge des broyeurs et de la boucle de granulation	-Nettoyage systématique de l'injecteur de bouillie à l'intérieur du granulateur -Correction de la densité d' H_3PO_4 -Réglage de la T° du milieu réactionnel	-Lors de chaque arrêt de la réaction, rincer abondamment la goulotte et l'injecteur de bouillie (en eau) -Pour des arrêts prolongés, procéder systématiquement au nettoyage de la goulotte et injecteur de bouillie
Séchage				
Température du produit fini élevée	-Débit élevé des gaz chauds -Charge bruleur élevée -Seuil encrassé à la sortie du sécheur ou formation des bagues à l'intérieur du sécheur	-Consommation éminente du fuel -Produit fini sec (humidité < 5%)	-Réglage des paramètres de la chambre de combustion (T° du fuel, dépression à la sortie de la chambre) -Réglage du débit de fuel	-Entretien systématique et étalonnage des appareils de mesure de la chambre de combustion -Nettoyage systématique du circuit de tirage des gaz
Température du produit fini basse	-Mauvaise combustion du fuel -Débit faible des gaz chauds -Mauvaise exposition du produit aux gaz chauds	-Produit fini trop humide (humidité > 5%) -Difficulté au niveau de la classification -Encrassement des appareils	-Réglage des paramètres de la chambre de combustion -Réglage du débit de fuel -Agir selon les conséquences	-Prévoir un contrôle systématique de l'état d'encrassement interne du tube sécheur

Tableau 6. Actions techniques à mener pour remédier aux problèmes constatés

III. Evaluation du plan d'action

Nous avons exécuté le plan d'action et appliquer les actions techniques adéquates pour éviter toute anomalie ou toute non-conformité au niveau du produit fini, nous avons tracé les cartes de contrôle du produit TSP par rapport à l'humidité, aux taux d'acide libre et au taux P_2O_5 afin de faire une comparaison entre la situation avant et la situation actuelle (du 1^{er} au 15 Mai 2016).

Les figures 27, 28 et 29 illustrent les cartes de contrôle de l'humidité, du taux d'acide libre et du taux de P_2O_5 soluble du produit fini du 1^{er} au 15 Mai 2016 après avoir appliqué les actions techniques cités précédemment. (Tableau 6)

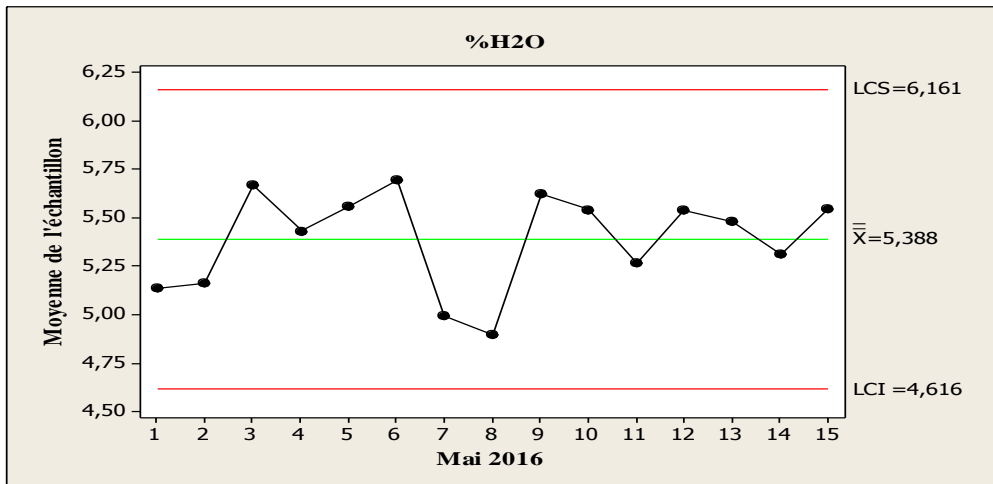


Figure 27. Carte de contrôle de l'humidité du produit TSP Mai 2016

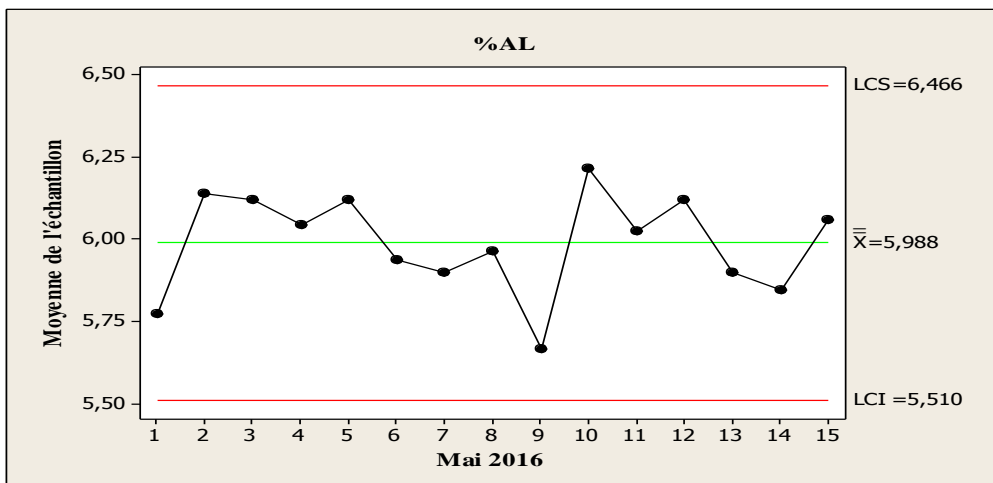


Figure 28. Carte de contrôle du taux d'acide libre du produit TSP Mai 2016

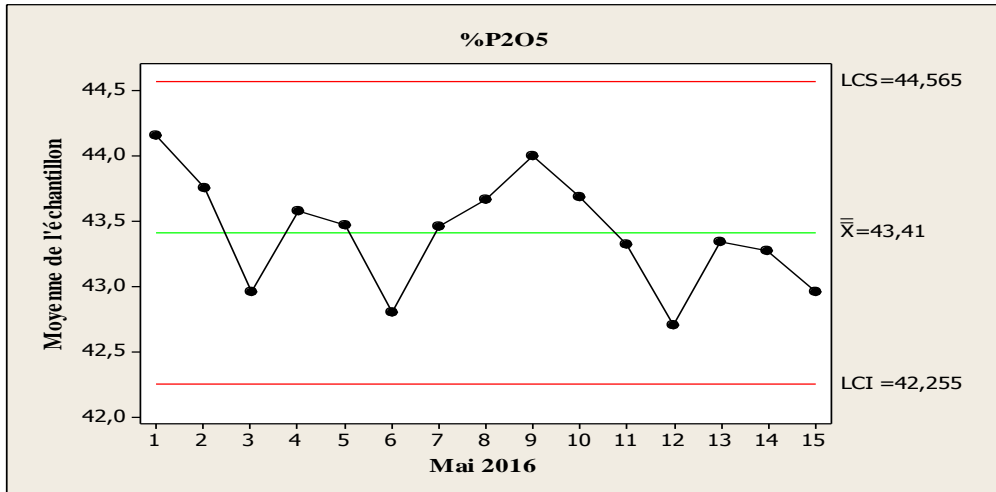


Figure 29. Carte de contrôle du taux P₂O₅ du produit TSP Mai 2016

Selon les cartes de contrôle tracées du produit fini, nous constatons que le procédé est stable vu que les points oscillent de chaque côté de la moyenne et ne présentent aucune formes particulières (points hors contrôle, tendances croissantes ou décroissantes, suites positives ou négatives ou rapprochements de la moyenne ou des limites de contrôles).

Capabilité du procédé est égale à : $Cp = \frac{Ts - Ti}{6s}$

$Cp_{\%H_2O} = 1,03$; $Cp_{\%AL} = 1,06$; $Cp_{\%P_2O_5} = 1,02$

Les valeurs de Cp sont égaux à 1 ($1 < Cp < 1,33$) ce qui signifie que le procédé est stable.

Conclusion

Le procédé s'avère stable après avoir exécuté le plan d'action élaboré précédemment. D'où notre objectif dès le début était de stabiliser le procédé de fabrication du produit TSP et améliorer sa qualité par rapport aux exigences du client. C'est la qualité du procédé qui fait la qualité du produit !

IV- Système de contrôle qualité

Il s'avère indispensable qu'un produit de qualité satisfaisante est le résultat d'une bonne marche du procédé de fabrication. D'où la nécessité d'établir un système de contrôle qualité permettant de garder la stabilité du procédé, ce qui fera l'objet de ce qui suit.

Un système de contrôle qualité doit être simple, efficace et adapté à l'entreprise. Il doit prendre en charge les différentes étapes critiques des procédés afin s'assurer de fabriquer un produit de qualité, conforme aux normes et exempts de dangers.

L'Office Chérifien des Phosphates utilise pour son système de contrôle qualité la norme ISO9001 qui spécifie les exigences relatives à ce système lorsqu'un organisme a besoin de démontrer son aptitude à fournir régulièrement un produit conforme aux exigences des clients et vise à accroître la satisfaction de ses clients par l'application efficace du système, y compris les processus pour l'amélioration continue du système et l'assurance de la conformité aux exigences des clients [6].

Le tableau 8 ci-dessous montre les exigences qualité de l'Office Chérifien des Phosphates ainsi que les enregistrements nécessaires pour les appliquer.

Exigences qualité	Enregistrements	F	NF	Commentaires
Approche processus	<ul style="list-style-type: none"> - Fiche processus - Instructions de travail - Planning de production et des arrêts 			
Formation et sensibilisation	<ul style="list-style-type: none"> - Fiche des fonctions - Grille d'analyse des besoins en formation - Evaluation des compétences - Planning de suivi annuel - Suivi des actions de sensibilisation - Fiche d'évaluation de la formation 			
Amélioration par les actions correctives et préventives	<ul style="list-style-type: none"> - Fiche d'amélioration ACP - Synthèse des fiches d'amélioration ACP 			
Maîtrise des documents et enregistrement	<ul style="list-style-type: none"> - Liste des documents en vigueur (interne) - Liste des documents externes 			
Maîtrise des équipements de surveillance et de mesure	<ul style="list-style-type: none"> - Liste des ESM - Planning de suivi annuel - Fiche du constat de vérification 			
Surveillance et mesure des processus	<ul style="list-style-type: none"> - Indicateurs de surveillance du processus (tableau de bord) 			
Communication interne	<ul style="list-style-type: none"> - Enquête sur la circulation de l'information - Synthèse et analyse des résultats de l'enquête 			
Audit qualité	<ul style="list-style-type: none"> - Check-list 			

Tableau 7. Exigences qualité et enregistrements du système contrôle qualité [6]

- **Audit qualité**

Un audit qualité interne ou inter-service réalisé par les agents de service « production engrais » permet de mieux comprendre et améliorer le fonctionnement des paramètres de marche ainsi que le travail des opérateurs pour maintenir la stabilité du procédé et garder la qualité du produit. Dans ce cas, nous avons proposé de réaliser un planning audit qualité hebdomadaire, qui doit être effectué chaque semaine pour bien maîtriser la qualité du produit fini en établissant une check-list d'audit (Tableau 9).

Check-list d'audit
« Qualité du produit Triple Super Phosphate »

Nom de l'auditeur	
N° de l'audit	
Lieu	
Date et heure	

1. Réaction	Oui	Non	Observations
Contrôle de la densité d'acide phosphorique entrée cuve d'attaque			
Vérification de l'état du densimètre (étalonnage)			
Vérification du rapport d'acidulation (actualisation des analyses chimiques du phosphate et d'acide phosphorique)			
Vérification de la sonde de mesure de la température de la cuve d'attaque (date d'étalonnage)			
Vérification de la fluidité de la bouillie par ampérage d'agitateur de la cuve d'attaque			
Fiabilité des moyens de mesure (dosomètre, débitmètre,...) par respect des dates d'essai matière et d'étalonnage			
2. Granulation et produit de recyclage			
Vérification de la fiabilité de mesure du débit de produit de recyclage (date d'étalonnage)			
Mesure de la température du produit fini/recyclage (vérification de l'état du thermomètre et la fréquence de mesure)			
Contrôle de l'état du produit à la sortie du granulateur (voir la tendance de la granulation)			
3. Séchage			
Vérification de la dépression à l'entrée du tube sécheur (sécurité de la chambre et bonne exploitation de la masse gazeuse)			
Contrôle de la température des gaz à l'entrée et à la sortie du tube sécheur (état et date de contrôle des thermocouples)			
Mesure de la température du produit fini (vérification de l'état du thermomètre et la fréquence de mesure)			
4. Classification			
Par anticipation, contrôler l'état du produit à la sortie du granulateur (voir la tendance de la granulation)			
Echantillonnage du produit fini vers stockage pour contrôler sa granulométrie (fines ou gros pour agir en conséquence)			
Vérification du fonctionnement des broyeurs et du concasseur			

Commentaires :

Signature :

Tableau 8. Check-list de la qualité du produit Triple Super Phosphate

Conclusion

L'Office Chérifien des Phosphates adopte depuis plusieurs années une stratégie d'amélioration continue visant à l'optimisation du procédé de fabrication de son produit Triple Super Phosphate afin de répondre aux exigences du client et pouvoir se distinguer vis-à-vis ses concurrents d'engrais dans le marché international.

Le présent travail rentre parfaitement à cette stratégie visant à l'optimisation de la qualité de l'engrais Triple Super Phosphate. A cet effet, nous avons réalisé une série d'analyses chimiques (%H₂O, %AL et %P₂O₅) et granulométriques de ce produit, qui avait pour objectif de vérifier la stabilité du procédé de fabrication et la conformité du produit TSP par rapport aux demandes du client.

A cet égard, nous avons abordé une étude critique de la qualité du produit TSP. Cette étude critique s'est basée sur les outils de base de la maîtrise statistique des procédés, les cartes de contrôle et les diagramme d'Ishikawa ainsi que les cartes de conformité pour vérifier la stabilité du procédé de fabrication et déterminer les facteurs influant sur sa stabilité et par conséquent sur la qualité du produit TSP.

Finalement, ladite étude nous a mené à détecter les anomalies et par la suite d'établir un plan d'action pour y remédier et maintenir la stabilité du procédé de fabrication et garantir la qualité de l'engrais Triple Super Phosphate (TSP).

Références Bibliographiques/Sitographie

- [1] Livret d'accueil Office Chérifien des Phosphates
- [2] <http://tpe-engrais1.e-monsite.com/pages/i-les-engrais-et-leurs-utilisations.html>
- [3] Documents internes de la division Production Engrais
- [4] Zouhair KELLACH, Optimisation de la quantité de refus issue le long de la chaîne de production du Triple Super Phosphate, Rapport PFE (MST CAQ), FST Fès, 2013
- [5] http://www.iso.org/iso/fr/catalogue_detail?csnumber=62085

Annexes

I. Méthode d'analyse de l'humidité

• Méthode d'analyse de l'humidité par étuvage

1. Principe de la méthode

L'humidité est déterminée par la perte de masse après séchage dans une étuve pendant 4 heures à une température de $105 \pm 5^\circ\text{C}$.

2. Mode opératoire

Peser 10g d'engrais dans une boîte de pétrie séchée et tarée préalablement. L'introduire ouverte dans l'étuve réglée à $105 \pm 5^\circ\text{C}$ pendant 4 heures. Retirer la boîte de pétrie de l'étuve et la refroidir après fermeture, à température ambiante dans un dessiccateur et peser.

3. Expression des résultats

$$\% \text{H}_2\text{O} = [(P_1 - P_2) / P_1] \times 100.$$

P_1 : poids de l'échantillon avant étuvage (en g).

P_2 : poids de l'échantillon après étuvage (en g).

• Méthode d'analyse de l'humidité par un dessiccateur à halogène

Cette méthode consiste à broyer une prise d'essai de l'échantillon et la tamiser dans un tamis à $500\mu\text{m}$. Prélever 2g de l'échantillon et le placer dans la plaque à l'intérieur du dessiccateur, fermer et attendre jusqu'à ce que la valeur de l'humidité se stabilise à 150°C et noter la valeur affichée.

II. Méthode d'analyse du taux d'acide libre

• Principe de la méthode

Introduire la prise d'essai dans une fiole de 250 ml contenant déjà 150 ml d'eau distillée. Agiter mécaniquement pendant 30 minutes à une vitesse de 40 tr/min, jauger par de l'eau distillée, homogénéiser et filtrer sur papier filtre ordinaire en éliminant les premiers millilitres du filtrat et procéder au titrage volumétrique.

• Mode opératoire

- Prélever 25 ml du filtrat

- Ajouter 2 à 3 gouttes de vert de bromocrésol et titrer avec NaOH 0,1N.

Soit A la tombée de la burette de NaOH en ml. (Changement de coloration du vert au bleu)

• Expression des résultats

$$\% \text{AL} = A \times 2,84$$

III. Méthode d'analyse du taux de P_2O_5 soluble

• Principe de la méthode

Cette méthode consiste à déterminer le taux de P_2O_5 soluble en analysant le filtrat par un analyseur automatique «SKALAR».

• Mode opératoire

- Broyer la prise d'essai de l'engrais TSP dans un mortier ;

- Tamiser l'échantillon sur un tamis de $500\mu\text{m}$;

- Peser 1g de l'échantillon dans une balance de précision et l'introduire dans une fiole de 500ml préalablement nettoyée et surmontée d'un entonnoir ;

- Ajouter 100ml de la solution citrate neutre ;

- Rincer les parois internes de l'entonnoir et de la fiole de façon à s'assurer de ne pas laisser aucune trace du produit ;

- Porter dans un bain-marie à 65°C avec agitation pendant une heure ;

- Après ce temps, retirer les fioles, laisser refroidir et compléter par l'eau distillée jusqu'à trait de jauge ;

- Filtrer en premier pour éliminer les premiers millilitres du filtrat et de façon à rincer le bécher ;
- Filtrer de nouveau pour récupérer le filtrat pour l'analyser ;
- Remplir un tube avec le filtrat récupéré et l'introduire dans l'analyseur automatique SKALAR pour obtenir le résultat.

IV. Méthode de détermination de la granulométrie par tamisage

1. Principe

La granulométrie est utilisée pour déterminer les proportions de chaque tranche granulométrique. Son principe consiste à prendre 100g de l'échantillon obtenu.

2. Mode opératoire

Placer les tamis (série de tamis à ouvertures normalisés (AFNOR)) propres et secs par ordre de taille décroissante. On verse l'échantillon sur le tamis de maille supérieure on faisant le travail à la main en secouant le tamis n et en récupérant le passant du tamis n dans le tamis n-1 de maille directement inférieure puis retirer les tamis, les séparer, vérifier que toutes les tranches granulométriques sont bien passées . Peser chaque tamis et retrancher la tare.

Annexe 1 : résultats des analyses chimiques du produit fini (du 1^{er} au 15 Mai 2016)

	%H ₂ O			%AL			%P ₂ O ₅
1-mai	4,94	4,44	6,03	5,87	5,68	5,77	44,08
2-mai	5,97	4,49	5,03	5,77	6,20	6,44	43,65
3-mai	6,09	5,57	5,32	6,15	6,00	6,20	42,96
4-mai	5,23	5,41	5,65	6,30	5,68	6,15	43,58
5-mai	5,36	5,77	5,54	6,15	6,06	6,15	43,47
6-mai	5,87	5,96	5,25	6,25	5,87	5,69	42,81
7-mai	4,89	4,68	5,42	5,77	5,97	5,96	43,46
8-mai	5,18	4,74	4,76	5,96	5,68	6,25	43,67
9-mai	5,28	5,52	6,06	5,55	5,29	6,15	44,05
10-mai	5,56	5,50	5,56	5,87	6,53	6,25	43,69
11-mai	5,55	4,87	5,36	6,25	5,87	5,96	43,32
12-mai	5,92	5,11	5,58	6,25	6,15	5,96	42,71
13-mai	5,75	5,38	5,31	5,87	5,68	6,15	43,34
14-mai	4,86	5,70	5,38	6,25	5,33	5,96	43,27
15-mai	5,22	5,12	6,29	5,77	6,25	6,15	42,60

Annexe 2 : résultats des analyses chimiques de la matière première et du produit fini (Janvier 2016)

	%H ₂ O PF	%AL	%P ₂ O ₅ S	% fraction 2,5- 4mm	%P ₂ O ₅ ss	%P ₂ O ₅ tq	%H ₂ O MP	%CO ₂	%SiO ₂	%MgO	Ra	H ₂ SO ₄ g/L
01-Janv.	5,1	5,68	43,80	78	29,41	28,03	4,66	6,22	5,67	0,61	2,77	42,7
02-Janv.	4,9	6,25	43,60	79	29,73	28,29	4,85	6,33	5,36	0,87	2,81	42,7
03-Janv.	5,0	6,18	44,56	80	29,20	27,26	6,65	6,65	6,62	0,63	2,82	42,7
04-Janv.	4,0	5,40	44,40	81	29,77	28,32	4,86	6,43	5,13	0,69	2,71	42,7
05-Janv.	4,6	5,96	44,28	79	28,90	27,45	5,03	6,94	6,48	0,69	2,85	42,7
06-Janv.	4,4	5,68	43,75	83	28,84	27,62	4,22	6,59	6,69	0,92	2,91	42,7
07-Janv.	5,5	5,25	44,06	84	28,44	26,97	5,18	6,60	6,68	0,68	2,88	42,7
08-Janv.	4,5	5,68	43,41	80	28,71	27,60	3,88	6,73	7,57	0,89	2,83	42,7
08-Janv.	5,1	6,24	43,00	84	28,26	27,20	3,75	6,77	6,65	0,81	2,97	42,7
10-Janv.	5,5	5,96	44,27	82	28,66	27,24	4,95	7,00	6,04	0,60	3,03	42,7
11-Janv.	5,6	6,25	43,81	84	29,28	27,82	4,97	6,66	5,59	0,70	2,87	42,7
12-Janv.	4,7	5,82	44,85	80	29,15	27,74	4,84	6,56	5,55	0,71	2,90	42,7
13-Janv.	4,7	5,54	44,78	83	28,67	26,98	5,88	6,39	6,74	0,52	3,00	42,7
14-Janv.	4,1	5,54	44,11	79	29,13	27,42	5,86	6,34	7,29	0,55	3,00	42,7
15-Janv.	4,7	6,11	44,53	87	28,41	27,09	4,66	6,70	6,37	0,72	3,16	43,1
16-Janv.	4,7	5,68	44,21	81	28,80	28,02	2,72	6,36	6,58	0,72	2,98	33,3
17-Janv.	4,5	5,68	44,23	84	28,80	28,02	2,72	6,36	6,58	0,72	2,97	46,7
18-Janv.	4,3	5,96	44,47	80	29,72	28,85	2,91	6,18	5,68	0,68	2,88	44,7
19-Janv.	5,4	5,96	43,98	87	29,60	27,87	5,84	6,33	5,07	0,68	2,98	54,5
20-Janv.	5,3	5,40	43,72	83	29,17	27,57	5,48	6,76	6,12	0,68	3,04	37,6
21-Janv.	5,6	5,96	43,89	84	29,87	28,70	3,91	6,12	6,25	0,65	2,65	62,7
22-Janv.	4,0	5,25	44,21	79	30,06	28,81	4,15	6,37	5,80	0,63	2,87	50,6
23-Janv.	5,0	5,68	43,84	80	29,99	28,79	4,01	6,45	6,48	0,67	2,82	50,6
24-Janv.	5,0	5,40	44,18	88	29,26	27,93	4,55	6,44	4,63	0,63	2,98	41,9
25-Janv.	4,2	5,39	44,57	82	28,94	27,50	4,97	6,79	6,45	0,61	3,16	39,2
26-Janv.	4,4	5,39	44,90	79	30,31	28,65	5,49	6,39	5,52	0,61	2,91	38,4
27-Janv.	4,8	5,96	44,80	87	30,15	28,62	5,06	6,61	5,50	0,64	2,89	40,8
28-Janv.	4,8	6,40	44,16	80	29,90	28,20	5,69	6,62	4,57	0,69	3,01	41,9
29-Janv.	4,3	5,68	43,55	78	29,20	27,98	4,18	6,40	6,06	0,70	2,93	39,2
30-Janv.	5,0	5,68	44,20	83	29,72	28,30	4,79	6,47	5,78	0,63	2,99	48,2
31-Janv.	5,1	5,40	44,07	80	30,00	28,55	4,81	6,40	5,82	0,68	3,00	49,8

Annexe 3 : résultats des analyses chimiques de la matière première et du produit fini (Février 2016)

	%H ₂ O PF	%AL	%P ₂ O ₅ S	% fraction 2,5- 4mm	%P ₂ O ₅ ss	%P ₂ O ₅ tq	%H ₂ O MP	%CO ₂	%SiO ₂	%MgO	Ra	H ₂ SO ₄ g/L
01-Févr.	5,5	5,96	44,50	85	30,03	28,55	4,93	6,59	4,82	0,69	2,89	49,8
02-Févr.	5,4	5,96	44,12	80	30,03	28,55	4,93	6,59	4,82	0,69	2,55	49,8
03-Févr.	5,0	5,96	44,30	77	30,03	28,55	4,93	6,59	4,82	0,69	2,87	48,2
04-Févr.	Arrêt de la ligne de production											
05-Févr.	5,2	5,68	45,00	84	29,56	28,01	5,23	6,32	4,88	0,65	3,01	44,7
06-Févr.	5,0	5,68	44,75	79	30,05	29,22	2,76	6,40	6,24	0,76	2,88	47
07-Févr.	5,2	6,24	44,52	85	29,67	28,60	3,60	6,34	6,13	0,88	2,92	54,9
08-Févr.	5,2	5,68	43,92	80	29,47	28,44	3,51	6,34	6,67	0,87	2,85	47,8
09-Févr.	5,1	5,95	43,70	84	29,12	28,13	3,38	6,39	7,19	1,01	3,04	39,6
10-Févr.	5,7	5,68	43,65	81	29,13	28,18	3,25	6,07	6,41	0,94	2,96	39,2
11-Févr.	Arrêt de la ligne de production											
12-Févr.	5,5	6,11	43,82	77	29,41	28,34	3,64	6,79	6,60	0,79	3,05	46,3
13-Févr.	5,1	5,96	43,52	85	29,67	28,70	3,27	6,00	6,86	0,71	3,06	46,3
14-Févr.	5,0	6,40	44,38	80	30,10	29,11	3,30	6,53	6,34	0,69	2,97	46,3
15-Févr.	5,0	5,68	43,95	85	30,10	29,11	3,30	6,53	6,34	0,69	3,05	47
16-Févr.	5,6	6,25	44,11	80	29,48	28,20	4,35	6,39	4,94	0,61	3,09	52,1
17-Févr.	4,5	5,96	44,35	86	30,51	29,13	4,51	6,10	5,90	0,57	3,06	40,8
18-Févr.	4,8	5,40	44,36	81	30,46	29,32	3,74	6,34	5,60	0,62	2,82	42,7
19-Févr.	5,2	5,68	43,40	84	29,25	28,16	3,73	6,22	5,06	0,65	3,46	37,6
20-Févr.	4,7	5,68	44,51	79	30,05	28,38	5,54	6,58	5,69	0,65	2,97	35,7
21-Févr.	4,4	5,96	44,67	85	28,84	27,30	5,33	6,47	6,80	0,54	3,11	35,7
22-Févr.	Arrêt de la ligne de production											
23-Févr.	Arrêt de la ligne de production											
24-Févr.	Arrêt de la ligne de production											
25-Févr.	Arrêt de la ligne de production											
26-Févr.	Arrêt de la ligne de production											
27-Févr.	Arrêt de la ligne de production											
28-Févr.	5,5	5,96	45,00	78	29,15	27,75	4,80	6,22	7,28	0,71	3,35	43,9
29-Févr.	4,6	5,68	43,64	81	29,15	27,75	4,80	6,22	7,28	0,71	2,99	43,9

Annexe 4 : résultats des analyses chimiques de la matière première et du produit fini (Mars 2016)

	%H ₂ O PF	%AL	%P ₂ O ₅ S	% fraction 2,5- 4mm	%P ₂ O ₅ ss	%P ₂ O ₅ tq	%H ₂ O MP	%CO ₂	%SiO ₂	%MgO	Ra	H ₂ SO ₄ g/L
01-Mars	5,0	5,68	43,88	81	29,96	28,46	4,99	6,72	6,10	0,77	2,90	51,35
02-Mars	4,9	5,68	43,88	81	29,96	28,46	4,99	6,72	6,10	0,77	3,03	46,26
03-Mars	4,8	5,00	44,70	89	29,96	28,46	4,99	6,72	6,10	0,77	3,05	46,26
04-Mars	5,2	5,40	44,61	85	29,96	28,46	4,99	6,72	6,10	0,77	2,97	46,26
05-Mars	5,6	5,68	43,65	83	29,96	28,46	4,99	6,72	6,10	0,77	2,96	46,26
06-Mars	5,7	5,96	43,05	83	29,96	28,46	4,99	6,72	6,10	0,77	2,94	46,26
07-Mars	5,9	6,25	43,08	83	29,96	28,46	4,99	6,72	6,10	0,77	3,59	46,26
08-Mars	5,4	6,25	44,63	79	29,96	28,46	4,99	6,72	6,10	0,77	2,95	49
09-Mars	5,8	5,68	44,28	82	29,96	28,46	4,99	6,72	6,10	0,77	2,77	45,47
10-Mars	5,6	5,68	43,97	83	29,40	27,81	5,40	6,34	5,29	0,87	2,97	49,4
11-Mars	4,5	5,68	44,64	88	29,34	28,07	4,33	5,97	5,76	0,85	3,00	49,4
12-Mars	4,3	6,25	44,80	82	29,34	28,07	4,33	5,97	5,76	0,85	3,04	38,29
13-Mars	5,6	5,68	43,03	80	29,26	28,08	4,04	6,45	7,15	1,00	2,98	38,29
14-Mars	5,1	5,68	44,19	83	29,56	27,94	5,49	6,74	5,75	0,60	2,85	38,29
15-Mars	4,7	5,96	44,11	86	29,22	27,99	4,22	6,29	5,67	0,79	2,99	57,23
16-Mars	5,2	5,96	44,11	82	28,47	26,97	5,27	6,21	7,08	0,72	3,18	30,18
17-Mars	5,1	6,53	43,95	84	28,47	26,97	5,27	6,21	7,08	0,72	3,10	31,36
18-Mars	4,5	6,50	44,65	87	30,37	29,42	3,11	6,43	6,16	0,78	2,73	46,26
19-Mars	4,8	5,96	43,95	82	29,10	28,05	3,61	6,31	6,79	0,77	2,69	45,47
20-Mars	5,6	5,96	43,52	82	28,30	27,10	4,26	6,65	7,25	0,78	2,81	32,53
21-Mars	5,3	6,25	43,44	80	28,31	27,10	4,29	6,51	6,54	1,09	2,82	34,49
22-Mars	5,3	6,25	43,45	83	29,01	27,76	4,32	6,69	6,26	0,88	2,68	39,63
23-Mars	5,3	6,25	44,40	83	29,55	28,70	2,87	6,53	5,22	0,80	2,74	33,32
24-Mars	5,6	5,40	44,20	85	29,32	28,21	3,80	5,93	6,52	0,74	2,65	36,19
25-Mars	5,0	6,25	43,90	81	30,28	29,10	3,89	5,66	4,23	0,72	2,67	51,78
26-Mars	4,8	5,96	43,75	84	29,32	28,29	3,53	6,82	4,89	0,82	2,67	44,1
27-Mars	4,5	5,39	44,00	89	28,86	27,34	5,25	6,82	6,93	0,80	2,76	43,9
28-Mars	4,9	5,96	43,62	84	27,58	25,84	6,32	7,15	7,86	0,69	2,94	43,9
29-Mars	4,8	5,96	44,34	79	27,67	26,56	4,01	6,54	7,56	1,04	2,73	43,34
30-Mars	3,6	5,00	44,90	78	28,90	27,30	5,52	6,30	7,53	0,69	2,71	43,47
31-Mars	5,2	5,96	44,68	87	28,28	27,05	4,34	6,71	7,03	1,05	2,84	39,7