

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique

Département Génie Minier



Mémoire de Master en Génie Minier

THEME

**Utilisation du produit marchand débourbé pour
l'obtention des superphosphates simples (SSP)**

Présenté par :

Mme OUELLABI Manel

Proposé et Dirigé par :

Mme MERCHICHI Amira

Présenté et Soutenu publiquement devant le jury le **14/06/2016**

Composition du Jury:

Président : Dr OULD HAMOU Malek	MCA	ENP, Alger
Promotrice : Mme MERCHICHI Amira	MAB	ENP, Alger
Examineur : Dr AKKAL Arezki	MCA	ENP, Alger

Promotion : Juin 2016

Dédicace

A ma mère

"Tu m'as donné la vie, la tendresse et le courage pour réussir.

Tout ce que je peux offrir ne pourra exprimer l'amour et la reconnaissance que je te porte.

En témoignage, je t'offre ce modeste travail pour te remercier pour tes sacrifices et pour l'affection dont tu m'as toujours entouré"

A mon père

"L'épaule solide, l'œil attentif compréhensif et la personne la plus digne de mon estime et de mon respect.

Aucune dédicace ne saurait exprimer mes sentiments, que dieu te préserve et te procure santé et longue vie"

A mes frères

"Riadh, Fateh et Seif Eddine en témoignage des liens solides et intimes qui nous unissent, je vous remercie pour votre soutien et encouragement, avec mes souhaits de bonheur de santé et de succès"

A mon cher époux Mouhammed Lamine

"Merci énormément pour ton soutien plus que précieux, merci pour ton grand cœur toutes tes qualités qui seraient trop longues à énumérer. Merci d'être dans ma vie"

A mes neveux Rayane, Djoud et Nourcine.

A toute ma famille.

A tous mes camarades et mes amis.

Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens à remercier dieu avant tout :

Je tiens à remercier tous ceux qui ont participé à la réalisation de cette thèse et qui n'a été possible que grâce au soutien de nombreuses personnes, que chacune trouve dans les premières phrases de cette thèse l'expression de ma profonde et sincère reconnaissance.

*Je tiens d'abord à exprimer mes remerciements à ma promotrice **Mlle MERCHACH** Amira, pour ses orientations enrichissantes et son encadrement scientifique, ce qui a permis de donner plus de valeur à l'ensemble de ce travail.*

*Le président du jury: **Dr. M. OULDHAMOU** qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse, je lui remercie pour son aide pendant tout mon cursus d'ingénieur comme chef de département.*

*L'examineur: **Dr. A. AKKAL** pour avoir accepté de participer à l'évaluation de ce travail. Et pour ses conseils et orientation pendant toute l'année.*

J'adresse aussi mes remerciements à l'ensemble des enseignants au niveau de département génie minier de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.

Mes remerciements sont adressés aussi à tous ceux qui ont participé de près ou de loin et dont leurs noms ne figurent pas sur cette liste ...

***OUELLABI** Manel*

ملخص

استعمال الأسمدة الكيميائية مهم جدا من أجل زراعة متطورة. السماد Simple Superphosphate (SSP) هو ناتج تفاعل الفوسفات الطبيعي مع حمض الكبريت تركيز هذا السماد يتراوح بين 20 و 50% من الفوسفات القابل للذوبان في الماء و هو يمثل مصدر جيد للفسفور. في هذا العمل درسنا المادة الناتجة عن تفاعل حمض الكبريت مع الفوسفات. التجارب تنص على دراسة ال SSP الناتج من الفوسفات المستخرج من جبل العنق من منطقة كاف السنون في شروط تجريبية مختلفة في درجة الحرارة ، مدة الخلط و حجم الجسيمات. الفوسفات عولج بحمض الكبريت H₂SO₄ في درجات حرارة 40، 50 و 60°م لمدة خلط 10، 20 و 30 دقيقة. المادة الناتجة عن التفاعل SSP تم بعد ذلك تحليلها لتحديد نسبة P₂O₅ القابل للذوبان في الماء. ومن خلال التجارب وجدنا ان الفوسفات ذو جسيمات رقيقة يعطي افضل نسبة P₂O₅ في درجة حرارة التفاعل 40°م و مدة خلط 20 دقيقة هذه النسبة تعادل 43.58%

Abstract

The use of chemical fertilizer is very important and especially phosphate fertilizers for modern agriculture. The fertilizer superphosphate commonly called SSP results from the reaction of phosphate rock with sulfuric acid. It contains between 20 and 50% P₂O₅, it is a good source of phosphorus.

In the present work, we studied the resultant sulfuric phosphate attack. This is the raw material of the SSP before packaging.

The aim of our study is to obtain the SSP from the natural phosphate from the deposit of Kef-Essoun-DJebel Onk Phosphate is attacked by H₂SO₄ at different conditions of temperature, stirring and sizes.

The product of the reaction (SSP) is then analyzed to determine the water-soluble P₂O₅ rates. According to the results of our experiments we can say that the finely ground phosphate gives a better rate of P₂O₅ at a temperature of 40 °c and a stirring time of 20 minutes. This phosphate gives a soluble P₂O₅ of 43.58%.

Résumé

L'utilisation des engrais chimiques est très importante et essentiellement les engrais phosphatés pour une agriculture moderne. L'engrais superphosphate simple appelé communément SSP résulte de la réaction de la roche phosphatée avec l'acide sulfurique. Il titre entre 20 et 50% en P₂O₅ et constitue une source sûre de phosphore.

Dans le présent travail, nous avons étudié le produit résultant de l'attaque sulfurique de phosphate. Celle-ci est la matière première du SSP avant son conditionnement.

L'expérience consiste à étudier le SSP obtenus par le phosphate issu de gisement de Kef Essonne de Djebel Onk à des conditions de température, d'agitation et de granulométrie différentes.

Le phosphate est attaqué par des solutions de H₂SO₄ à différentes concentrations et à des températures de 40, 50 et 60 °C avec des temps d'agitation de 10, 20 et 30 minutes. Le produit de la réaction (le SSP) est ensuite analysé pour déterminer les taux de P₂O₅. Nous avons constaté lors de ces expériences que le phosphate ayant subi un broyage grossier donne un meilleur taux de P₂O₅ à une température d'attaque de 40° et un temps d'agitation de 10 minutes. Ce phosphate sous ces conditions donne un taux de P₂O₅ soluble titré à 43.54%.

Mots clés : engrais phosphatés, Superphosphates, attaque par acide sulfurique, Taux de P₂O₅ phosphate naturels, temps d'agitation, granulométrie, températures.

Table des matières

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des symboles et abréviations	
Introduction générale	10
PARTIE THEORIQUE	11
Chapitre I : Synthèse bibliographique	12
I.1. Présentation du phosphate	13
I.2. Les phosphates dans le monde	13
I.3. Différentes utilisations du phosphate dans l'industrie	14
I.4. Phosphate du gisement de Djebel Onk	14
I.4.1. Localisation du gisement	14
I.5. Traitement des phosphates naturels	15
I.6. Traitement des phosphates du gisement de Djebel Onk	15
I.6.1. Préparation mécanique	15
I.6.2. Traitement par voie humide (débouillage)	16
I.7. Paramètres Influençant sur la décomposition des phosphates	17
I.7.1. Influence de la température	18
I.7.2. Influence de la granulométrie du phosphate sur la décomposition	18
I.7.3. Influence de l'agitation sur la décomposition	19
I.7.4. Influence de la composition minéralogique sur la décomposition	19
I.8. Définition des engrais	19
I.9. Les engrais phosphatés et les superphosphates	20
I.10. Le superphosphate simple (SSP) : $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 + \text{CaSO}_4$	20
I.11. Fabrication des engrais phosphatés	20
I.12. Procédé de fabrication du super phosphate simple	21
I.12.1. L'attaque sulfurique sur les phosphates	21
I.12.2. L'alimentation du réacteur	22
I.12.3. La granulation.....	22
I.12.4. Dépoussiérage et lavage des gaz	22
PARTIE EXPERIMENTALE	23
Chapitre II : Fabrication des superphosphates	24
II.1. Le gisement étudié	25
II.2. Description de l'expérience	25
II.2.1. Préparation des réactifs	25
II.2.2. Préparation du minerai utilisé	27
II.3. Analyse des SSP obtenus	31
II.3.1. Méthode de dosage de P_2O_5	31
II.3.2. Traçage de la courbe d'étalonnage.....	32
II.3.3. Fabrication de la solution de l'échantillon à analyser	33
II.4. Résultats de l'analyse spectrophotométrique	35
Conclusion générale	54
Bibliographie	55
Annexe	56

Liste des tableaux

Tab.1 - Production et réserves mondiales de phosphate naturel, 2014	13
Tab.2 : Préparation des solutions filles	31
Tab.3 : Tableau d'étalonnage	33
Tab.4 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 10$ mn, $T = 40$ °C)	36
Tab.5 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 10$ mn, $T = 50$ °C)	37
Tab.6 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 10$ mn, $T = 60$ °C)	38
Tab.7 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 20$ mn, $T = 40$ °C)	39
Tab.8 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 20$ mn, $T = 50$ °C)	40
Tab.9 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 20$ mn, $T = 60$ °C)	41
Tab.10 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 30$ mn, $T = 40$ °C)	42
Tab.11 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 30$ mn, $T = 50$ °C)	43
Tab.12 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 30$ mn, $T = 60$ °C)	44
Tab.13 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute broyé (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 10$ mn, $T = 40$ °C)	45
Tab.14 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute broyé (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 10$ mn, $T = 50$ °C)	46
Tab.15 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute broyé (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 20$ mn, $T = 40$ °C)	47
Tab.16 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 20$ mn, $T = 50$ °C)	48
Tab.17 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute broyé (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 30$ mn, $T = 40$ °C)	49
Tab.18 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute broyé (durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 30$ mn, $T = 50$ °C)	50

Liste des figures

Fig. 1 : Localisation géographique du gisement de Djebel Onk	15
Fig.2 : Variation de la pression partielle de HNO_3 (mm.Hg) en fonction de la température..	18
Fig.3 : Cinétique de dissolution en continu des PN dans l'acide	19
Fig.4 : Procédé général de fabrication du simple superphosphate.....	21
Fig.5 : Préparation des solutions A, B et C par Agitation Magnétique et chauffage à ébullition sur plaques chauffantes électriques.....	26
Fig.6 : Solutions A, B et C diluées dans des fioles jaugées de 2000ml et prêtes à l'emploi....	26
Fig.7 : Tamisage du produit débourbé à une granulométrie inférieure à 250 microns.....	27
Fig.8 : Échantillonneur rotatif pour répartition homogène des échantillons.....	27
Fig.9 : Balance électronique de laboratoire à précision 0,001mg	28
Fig.10 : Préparation du produit pour un broyage fin (30 minutes)	28
Fig.11 : Produit débourbé après 30 minutes de broyage.....	29
Fig.12 : Attaque du minerai phosphaté par l'acide sulfurique.....	29
Fig.13 : Etape de mise en agitation des produits sous une hotte.....	30
Fig.14 : Mise en repos des engrais phosphatés	30
Fig.15 : Préparation des solutions filles pour tracer la courbe d'étalonnage	32
Fig.16 : Réglage de la longueur d'onde	32
Fig.17 : la courbe d'étalonnage.....	33
Fig.18 : Balance électronique sensible semi micro analytique à précision 0.001mg	34
Fig.19 : Agitation magnétique de la solution S	34
Fig.20 : Echantillons prêts à analyser au spectrophotomètre	35
Fig.21 : Calibrage de l'appareil au zéro	35
Fig.22 : Analyse de l'échantillon S	35
Fig.23 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 10 min).	36
Fig.24 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 10 min).	37
Fig.25 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 60 °C, temps d'agitation = 10 min).	38
Fig.26 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 20 min).	39
Fig.27 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 20 min).	40
Fig.28 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 60 °C, temps d'agitation = 20 min).	41
Fig.29 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 30 min).	42
Fig.30 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 30 min).	43
Fig.31 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 60 °C, temps d'agitation = 30 min).	44
Fig.32 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 10 min).	45
Fig.33 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 10 min).	46
Fig.34 : Variation du taux de P_2O_5 en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 20 min).	47

Fig.35 : Variation du taux de P ₂ O ₅ en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 20 min).	48
Fig.36 : Variation du taux de P ₂ O ₅ en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 30 min).	49
Fig.37 : Variation du taux de P ₂ O ₅ en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 30 min).	50
Fig. 38 : Variation du taux de P ₂ O ₅ en fonction du temps d'agitation pour les différentes températures d'attaques (SSP Kef Senoun, Produit débourbé : grossièrement broyé)	51
Fig.39 : Variation du taux de P ₂ O ₅ en fonction du temps d'agitation pour les différentes températures d'attaques (SSP Kef Senoun, Produit débourbé : finement broyé)	52
Fig.40 : Comparaison des taux maximaux de P ₂ O ₅ en fonction du temps d'agitation pour les différentes granulométries	53

Liste des symboles et abréviations

Symbole	Signification
SSP	Super Phosphates Simple
TSP	Super Phosphates Triple
AC	Acide Citrique
AF	Acide Formique
BPL	Bonne Phosphates Lime
TPL	Triple Phosphates Lime
CAN	Citrate D'ammonium neutre
DAP	Diammonium phosphate
MAP	Monoammonium Phosphate
P₂O₅	Anhydride Phosphorique
PPM	Partie Par Millions
DO₂₀	Phosphate Naturel Commercial
HAZARD	Hydroxy Apatite Synthétique
Ca(H₂PO₄)₂	Phosphate Monocalcique
CaH₂PO₄	Phosphate Bicalcique
ASP	Ammonium Sulfo- Phosphate
RVM	Réactif Vanado-Molybdique
E 339	Additifs Stabilisants
E 340	Additifs Stabilisants

Introduction générale

La principale source de phosphate en Algérie est le complexe minier de Djebel-Onk qui se situe à l'est du pays dans la wilaya de Tébessa. Les ressources prouvées sont estimées à plus de 2 milliard de tonne de phosphate qui servent les besoins du marché national et de participer à l'exportation pour palier au manque de devises qui ne sont générées à ce jour que par les hydrocarbures.

Le tout venant de Djebel-Onk titre environ 26% de P_2O_5 , cette teneur est considérée comme moyenne mais qui peut être améliorée par différentes procédés d'enrichissement afin d'obtenir des produits de meilleure qualité.

Dans le présent travail, nous avons effectué des essais de fabrication de simple superphosphate (SSP) à partir du produit débourbé de Djebel-Onk en variant les différents paramètres, la température, le temps d'agitation et la granulométrie.

Le produit obtenu est caractérisé par spectrophotomètre dans le but de retenir les meilleures conditions qui nous permettent d'avoir un SSP à un taux optimal en P_2O_5 .

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I

Synthèse Bibliographique

I.1. Présentation du phosphate

Le nom dérive du mot grec *phosphorons*, ce qui signifie « porteur de lumière » et évoque la planète Vénus, l'étoile du berger. Le nom a été attribué au fait que le phosphore blanc émet de la lumière visible dans l'obscurité quand il est exposé à l'air.

Le phosphore est l'élément chimique de numéro atomique 15, de symbole P.

I.2. Les phosphates dans le monde

Le tableau suivant donne la production mondiale des phosphates en 2014, année la plus récente pour laquelle les données sûres sont disponibles. Les principaux pays producteurs sont : USA, Chine, Maroc et Sahara occidental et la Russie qui produisent environ 71,41% du total mondial. Les 12 principaux producteurs représentent plus de 93% du total mondial. Vingt autres pays produisent les 6 à 7% restants.

Tab.1 : Production et réserves mondiales de phosphate naturel, 2014 [1]

Pays	Production (Millions Kg)	Part mondiale (%)	Reserve mondiale (Millions Tonnes)
Chine	100000	45,45	37000
Maroc et Sahara Occidentale	30000	13,64	50000
USA	27100	12,32	1100
Russie	10000	4,55	1300
Brésil	6750	3,07	270
Egypte	6000	2,73	715
Jordanie	6000	2,73	1300
Tunisie	5000	2,27	100
Israël	3600	1,64	130
Arabie Saoudite	3000	1,36	211
Australie	2600	1,18	1030
Pérou	2600	1,18	820
Viet Nam inde	2400	1,09	30
Afrique du sud	2200	1,00	1500
Inde	2100	0,95	35
Mexique	1700	0,77	30
Kazakhstan	1600	0,73	260
Algérie	1500	0,68	2200
Togo	1200	0,55	30
Syrie	1000	0,45	1800
Sénégal	700	0,32	50
Irak	250	0,11	430

Canada	-	0,00	76
Autres pays	2600	1,18	300
Total	220 000	100	67000

I.3. Différentes utilisations du phosphate dans l'industrie

Le phosphore (P) est un élément qui est largement distribué dans la nature. Il est considéré, avec l'azote (N) et le potassium (K), comme un constituant fondamental de la vie des plantes et des animaux. Le phosphore a un rôle dans une série de fonctions du métabolisme de la plante et il est l'un des éléments nutritifs essentiels nécessaires pour la croissance et le développement des végétaux.

Il a des fonctions à caractère structural dans des macromolécules telles que les acides nucléiques et des fonctions de transfert d'énergie dans des voies métaboliques de biosynthèse et de dégradation. A la différence du nitrate et du sulfate, le phosphate n'est pas réduit dans les plantes mais reste sous sa forme oxydée la plus élevée.

I.4. Phosphate du gisement de Djebel Onk

I.4.1. Localisation du gisement

La région de Djebel Onk est située au sud-est de l'Algérie, à 100km de la wilaya de Tébessa et à 20km de la frontière Algéro-Tunisienne, sur la route qui relie Tébessa à El Oued (Figure.1). Et par la voie de chemin de fer servant au transport des phosphates vers le port minéralier d'Annaba éloignée de 340km

La région de Djebel Onk est subdivisée en 5 secteurs miniers:

- Gisement de Djemi Djema
- Gisement de Kef Es-Senoun
- Gisement de Djebel Onk Nord
- Gisement d'Oued Bêtina
- Gisement de Bled El Hadba

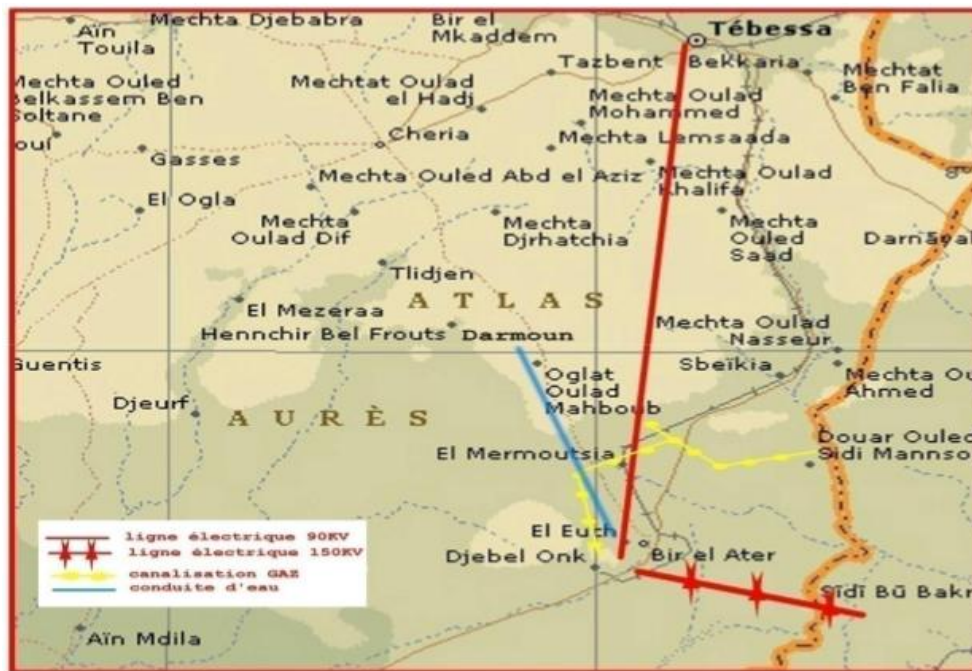


Fig. 1 : Localisation géographique du gisement de Djebel Onk

I.5. Traitement des phosphates naturels

Généralement, les phosphates doivent subir des traitements avant d'être utilisés. Les traitements sont physiques (broyage, calcination, lavage, séchage) et chimiques (attaque du minerai par l'acide sulfurique). L'enrichissement consiste à utiliser les procédés les moins coûteux possibles pour libérer les constituants minéraux, puis à séparer au maximum les impuretés libres par voie physique et ainsi concentrer les éléments phosphatés.

I.6. Traitement des phosphates du gisement de Djebel Onk

I.6.1. Préparation mécanique

La préparation mécanique a pour but de réduire les dimensions des blocs de minerai extrait de la carrière à fin de libérer les composants utiles de leur gangue. Il comporte les trois opérations suivantes : concassage, broyage et criblage [2].

Concassage

Cette opération a pour but la réduction des blocs de tout-venant alimentant l'usine de traitement d'une dimension de 1m, jusqu'à une grosseur inférieure à 200mm. Elle se fait au moyen des deux concasseurs :

- Concasseur à cône giratoire "BABITLESS" d'une capacité de 1000T/h.
- Concasseur à percussion "HAZEMAG" menu d'un système de scalpage d'une capacité de 1200 T/h.

Broyage

Cette opération consiste à réduire le produit concassé jusqu'à une dimension de 20mm au moyen de trois broyeur à marteaux articulés "WEDAG" d'une capacité de production de 300 T/h/broyeur.

Criblage

Cette dernière opération de la préparation mécanique consiste à éliminer le produit dont la dimension est supérieure à 15 mm au moyen de trois cribles vibrants à résonance "WEDAG" d'une capacité de 300T/h/crible et deux cribles vibrants inclinés "HAZEMAG" d'une capacité de 600 T/h/crible avec une ouverture de 10 mm.

I.6.2. Traitement par voie humide (Débourbage)

Le but de cette opération est d'éliminer les argiles, les silicates, les matières organiques ainsi que les sels. On distingue les différentes étapes de traitement suivantes [3]:

- **Le débouillage**

Il consiste à débarrasser le minerai noble des impuretés qui l'accompagnent. L'opération débouillage tente, en fait, de déliter essentiellement les composants argileux de l'exogangue et de libérer les grains phosphatés des autres constituants qui les entourent dans une virole cylindrique placée horizontalement sur des tambours. Le mouvement rotatif de la virole dure 20 mn à une vitesse de rotation de 70 tours par minute. On obtient alors des grains phosphatés libres en grande majorité, des argiles délitées et autres constituants mixtes et/ou libres.

- **La coupure haute**

Cette étape consiste à verser tout le contenu de la virole (la pulpe) sur un tamis d'ouverture de 2mm, et de tamiser, à l'eau, cette pulpe jusqu'à ce que tous les éléments de dimensions inférieures à 2mm passent à travers le tamis dans un bac placé en bas. Le refus du tamis est récupéré et placé dans un récipient.

- **La coupure basse**

Elle consiste à tamiser, aussi soigneusement que possible, le contenu du bac (les passants à 2 mm) à l'aide d'un tamis d'ouverture de 71 μ m. Cette opération est comparativement plus longue que la première pour débarrasser le minerai des fractions fines dont essentiellement les argiles.

Le refus du tamis 71 μ m forme la tranche granulométrique (-2000 μ m, +71 μ m) qu'on récupère et qu'on met dans un récipient à part. Les passants à 71 μ m sont de même récupérés et placés dans un autre récipient.

On obtient trois tranches granulométriques: les supérieures à 2 mm (+2000 μ m) : ce sont des fractions rejetées, la tranche (2000 μ m, +71) μ m : ce sont des fractions marchandes et la tranche des inférieures à 71 μ m : ce sont des fractions rejetées.

- **L'attrition:**

Afin d'obtenir une meilleure libération des grains de phosphate et l'élimination des fines laissées par le débouage, l'attrition est optimisée en fixant une vitesse de rotation de la machine attritionneuse de 1200 tours par minute et une concentration en solide de la pulpe de 60% pendant un temps jugé nécessaire égal à 5 minutes. La pulpe est, de nouveau, tamisée à 71 μm , pour éliminer les fractions fines libérées par attrition. Au terme de ce travail de débouage et de tamisage, on place les trois récipients dans une étuve à 100 °C pendant 24 heures. Après 12 heures d'étuvage à 100°C, chaque tranche granulométrique est pesée, soigneusement homogénéisée et divisée en lots équivalents et représentatifs pour servir aux différentes analyses requises.

Enfin, un broyage très fin à sec est nécessaire dans le but d'avoir un échantillon de dimensions très réduites se prêtant aux différentes analyses chimiques requises.

Au niveau de djebel Onk

Le traitement par voie humide est constitué des opérations suivantes: une mise en pulpe, criblage humide (grille courbe), classification, hydro cyclonage et une filtration.

Le passant criblé de dimension inférieure à 15 mm est mis en pulpe avec de l'eau dans un rapport solide/liquide égale à 2/3 (T/m²), alimente les grilles courbes qui opèrent à une coupure de 1.25mm. Les hydro cyclones à mouvement hélicoïdal de rotation récupèrent le passant grilles courbes dont le but est d'éliminer la tranche inférieure à 0.8mm. Les fines particules très pauvres en phosphates seront acheminées vers l'épaississeur et la qualité noble est essorée par des essoreuses, le produit déboué et essoré titrant de (66 à 68%) TPL [2].

Séchage

Le produit déboué étant un produit semi fini humide nécessite une déshydratation jusqu'à l'obtention d'un produit marchand d'une humidité de 1%. Le séchage se fait par deux méthodes à savoir:

- Séchage par four vertical (four de calcination)
- Séchage par four horizontal.

I.7- Paramètres Influençant sur la décomposition des phosphates

La décomposition des phosphates dépend de plusieurs facteurs : température, concentration, granulométrie, vitesse d'agitation, etc. En effet, différentes études ont montré que la composition chimique du phosphate influe considérablement sur sa décomposition.

Dans notre travail on va citer l'influence des différents paramètres sur la décomposition du phosphate naturel par l'acide, c'est-à-dire sur le taux de P₂O₅ contenu dans le phosphate sous forme soluble.

I.7.1. Influence de la température

En principe la vitesse de réaction augmente avec l'augmentation de la température. Dans le cas de l'attaque nitrique, l'accroissement de la température mène à l'augmentation de la pression partielle des vapeurs au dessus de la solution (Figure 2) :

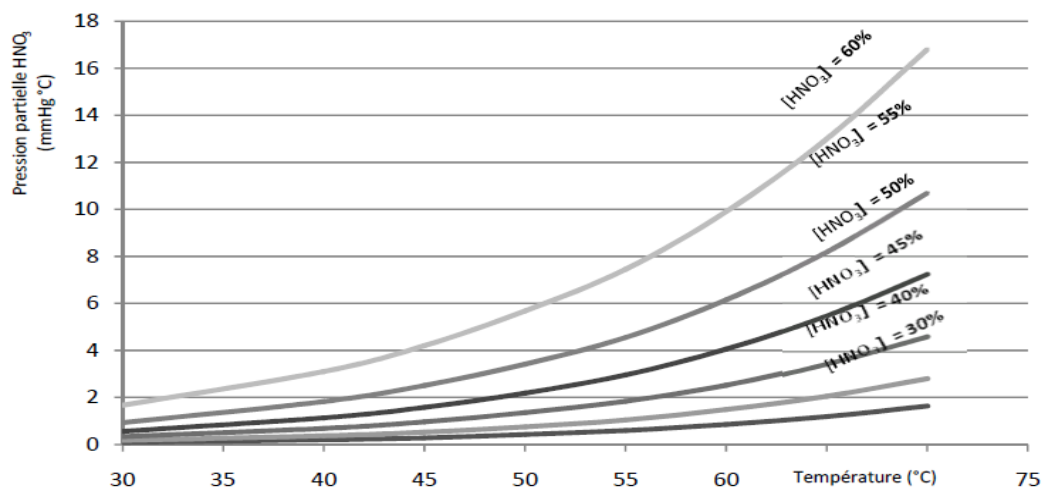


Fig.2 Variation de la pression partielle de HNO₃ (mm.Hg) en fonction de la température

La plupart des auteurs cités par Hussein ont préconisé la limitation de la température à 55 ou 60 °C, car au-delà de cette température, le taux de conversion diminue à cause des pertes de l'acide nitrique par évaporation. Pandey et Al ont examiné l'influence de la température sur le taux de décomposition du phosphate de Jordanie (P₂O₅ = 32,79 %, CaO = 52,02 %, insolubles et SiO₂ = 2,98 %) dans les limites 20-70 °C en utilisant de l'acide nitrique à 62,5 % massique et un rapport solide-liquide de 2 :1.

D'après cette étude, le taux de décomposition augmente avec la température, mais au-delà de 60 °C, ce taux commence à diminuer. La meilleure décomposition (96,60%) est obtenue à la température 56 °C.

I.7.2. Influence de la granulométrie du phosphate sur la décomposition

La granulométrie est une caractérisation fondamentale d'un produit pulvérulent. Elle est en rapport direct avec toutes les opérations unitaires de broyage, séparation, mélange et transferts. La granulométrie est aussi en relation avec les phénomènes d'échange et de réactivité, qu'ils soient physiques (migration d'eau, séchage, solubilisation), chimiques (oxydation) ou enzymatiques (digestion des aliments).

La granulométrie des phosphates influe considérablement sur sa décomposition par l'acide. Plus le phosphate est bien moulu, plus l'attaque est poussée car la surface spécifique augmente avec la dimension des particules de phosphates. Par contre, un phosphate très fin

laisse décanter la cuve d'attaque et forme des précipités très stables notamment la fluosilicate de sodium Na_2SiF_6 qui se dépose et crée des problèmes d'entretien des équipements.

I.7.3. Influence de l'agitation sur la décomposition

La vitesse de la décomposition des phosphates dépend de la turbulence qui améliore le transfert de masse, ce transfert dépend du nombre de Reynolds. L'agitation améliore le contact entre le liquide et la phase solide et par conséquent augmente la vitesse de la réaction. L'agitation dans n'importe quel système est mieux caractérisée par le nombre de Reynolds.

I.7.4. Influence de la composition minéralogique sur la décomposition

Les différentes études ont montré que la composition chimique du phosphate naturel influe sur la décomposition. Nous remarquons d'après la (figure 3) que le taux de conversion du phosphore soluble varie selon la nature du phosphate.

Cette variation démontre que la différence dans les teneurs des phosphates naturels en P_2O_5 , en CaO et en SiO_2 est un paramètre très important. La composition du phosphate influe également sur la qualité des produits finaux. Il faut noter que le fluor est l'un des composants qui ralentit la décomposition.

Tiskina a expérimenté dans les mêmes conditions plusieurs types de phosphates et a trouvé que la décomposition varie considérablement d'un phosphate à un autre. La présence de des carbonates CaCO_3 et MgCO_3 en grandes quantités diminue la vitesse et le taux de décomposition par ce qu'ils réagissent les premiers avec l'acide nitrique en provoquant la diminution de la concentration des ions hydrogène dans la phase liquide. Il est évident que plus le P_2O_5 augmente plus la décomposition devient meilleure.

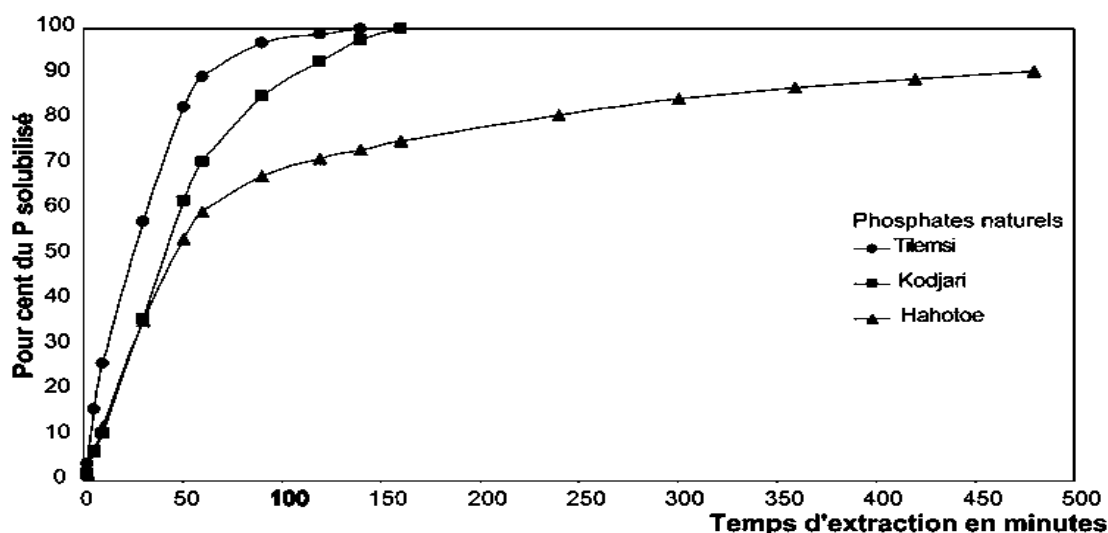


Fig.3 Cinétique de dissolution en continu des PN dans l'acide

I.8. définition des engrais:

Les engrais sont le plus souvent des mélanges d'éléments minéraux, destinées à apporter aux plantes des compléments d'élément nutritifs de façon à améliorer leurs croissance et augmenter le rendement et la qualité des cultures.

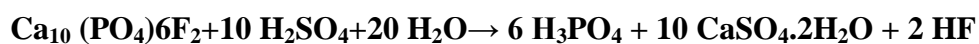
Généralement les engrais sont incorporés au sol, mais ils peuvent aussi être apportés par l'eau d'irrigation. Cette dernière technique est employée aussi bien pour les cultures en sol traditionnelles.

I.9. Les engrais phosphatés et les superphosphates

La notion de « superphosphate » tient au fait que sous cette forme acide, ces phosphates peuvent être plus facilement libérés en milieu aqueux sous forme d'ions phosphates libres, et seront plus faciles à fixer par la plante et plus efficaces et plus rapides en tant qu'engrais, avant qu'ils soient lessivés et transportés dans les eaux de drainage, rivières et nappes phréatiques.

Les superphosphates constituent la principale catégorie d'engrais phosphatés, et celle qui est le plus rapidement assimilée par les plantes. Ils donnent des résultats supérieurs aux phosphates simples, notamment au début de la végétation à cause surtout de la diffusion plus parfaite dans la couche arable de l'acide phosphorique soluble, car l'important est de placer cet acide à la portée des racines.

Selon la teneur en phosphore quantifiée en P_2O_5 , pentoxyde de phosphore, on distingue le superphosphate simple SSP, le superphosphate enrichi ESP et le superphosphate triple TSP. Les engrais phosphatés proviennent de la transformation des roches phosphatées extraites de la terre par dissolution sulfurique. La réaction générale de fabrication des engrais phosphatés est la suivante :



I.10. Le superphosphate simple (SSP) : $Ca(H_2PO_4)_2 + CaSO_4$

Le superphosphate simple (SSP) résulte de la réaction de la roche phosphatée avec l'acide sulfurique, il titre entre 16 et 22% en P_2O_5 et 9 à 12% en S. Il constitue une bonne source de phosphore avec une solubilité dans l'eau variant entre 85% et 90% [4].

I.11. Fabrication des engrais phosphatés

La matière première de base des fertilisants minéraux phosphatés est le Phosphate naturel, une seconde matière première est le **Soufre** utilisé pour la fabrication d'acide sulfurique qui permet de rendre le phosphate plus soluble.

L'un des procédés de fabrication des fertilisants minéraux phosphatés consiste à fabriquer d'abord l'**Acide sulfurique (H_2SO_4)** par combustion du soufre et absorption du trioxyde de

soufre (SO_3) formé puis à mélanger l'acide et le phosphate naturel finement broyé pour obtenir le **Superphosphate simple** il dose de 18 à 25% de P_2O_5

Un autre procédé consiste à fabriquer de l'**Acide phosphorique** (H_3PO_4) par attaque du phosphate naturel par l'acide sulfurique concentré, avec élimination du sulfate de calcium (phosphogypse) puis à faire réagir l'acide phosphorique sur le phosphate naturel pour obtenir le **Superphosphate triple (TSP)** il dose de 38 à 45% de P_2O_5 .

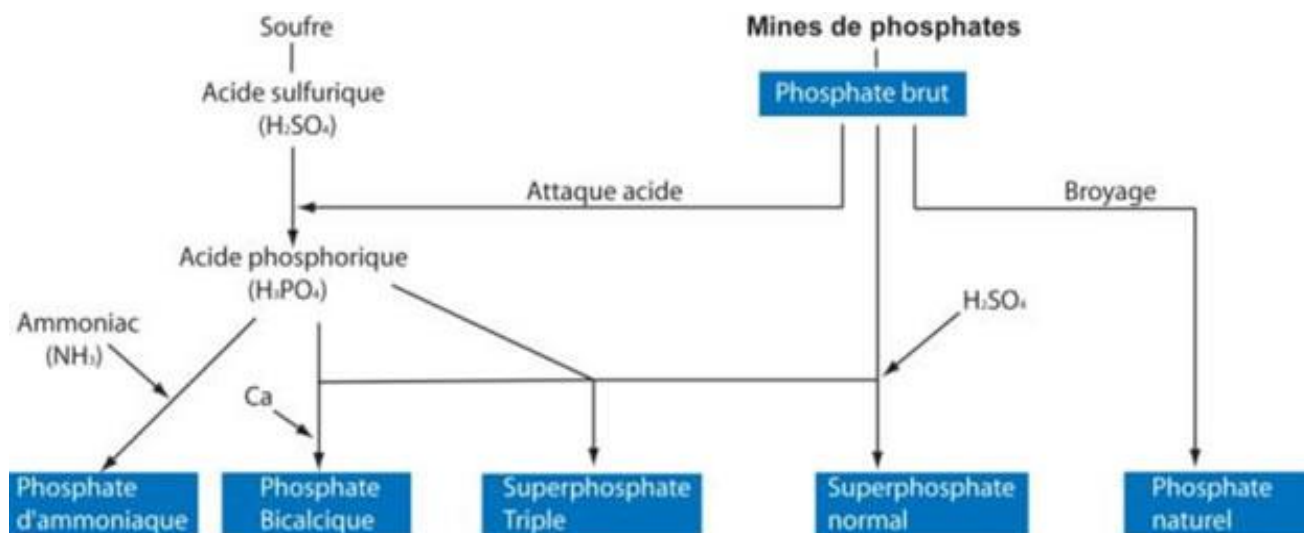
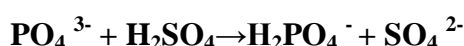


Fig.4 procédé général de fabrication du simple superphosphate

I.12. Procédé de fabrication du super phosphate simple:

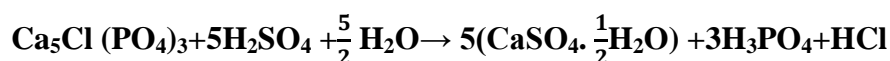
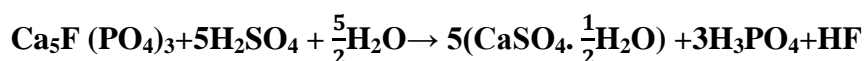
II.12.1 - L'attaque sulfurique sur les phosphates

La réaction principale dans la production des super simples phosphates est la réaction entre le phosphate naturel insoluble et l'acide sulfurique pour former des phosphates solubles, l'équation de la réaction du cas est la suivante :

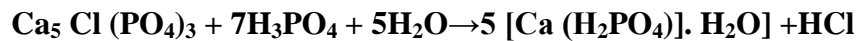
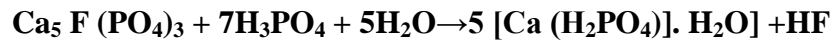


La réaction entre le phosphate et l'acide sulfurique se déroule dans un réacteur agité. La fabrication du simple superphosphate S.S.P par action de l'acide sulfurique sur le fluorapatite (ou chlorapatite) est un processus hétérogène à plusieurs phases qui se déroule surtout dans le domaine de la diffusion. Ce processus peut être divisé conventionnellement en deux stades [4].

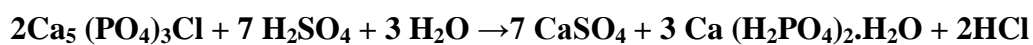
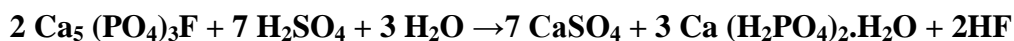
Dans le premier, on a une réaction rapide de décomposition d'échange qui se produit à la surface des particules du phosphate jusqu'à consommation totale de l'acide sulfurique ; la réaction est la suivante :



Au cours du deuxième stade, il ya diffusion de l'acide phosphorique formé a l'intérieure des particules non décomposées de l'apatite. L'acide phosphorique formé au cours de la réaction réagit avec le phosphate restant selon la réaction suivante :



La combinaison entre les deux équations conduit a l'équation de la réaction globale :



I.12.2- L'alimentation du réacteur

Le phosphate naturel et l'acide sulfurique sont mis en réaction dans le réacteur (mélangeur horizontal), Les conditions d'alimentation sont approximativement [4]:

- Phosphate naturel : 25 tonnes
- Acide Sulfurique à 98 % - 14.5 tonnes
- Eau - 6 tonnes

I.12.3- La granulation

Le simple superphosphate (S.S.P) est commercialisé comme superphosphate fin ou en forme granulée, les diamètres des grains ne doivent pas dépasser 6 mm. A ce propos, le superphosphate est mouillé avec de l'eau dans le granulateur ensuite il est séché puis criblé [4].

I.12.4- Dépoussiérage et lavage des gaz

Les gaz formés lors des réactions, généralement : HF, SiF₄ et CO₂ chargés de poussières, sont aspirés par un ventilateur vers l'atmosphère, en passant par deux tours de lavage. Le lavage se fait par arrosage pour dissoudre les composés fluorés, puis par scrubber (ce dernier rempli par les pélots de garnissages) pour retenir les particules solides.

Ces opérations sont faites pour empêcher le dégagement d'HF dans l'atmosphère

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE II
Fabrication des
Superphosphates simples

II.1 Le gisement étudié

Ce travail est consacré à l'étude de la réaction de formation du simple superphosphate (SSP) obtenu à partir de phosphate de Djebel Onk dans le but d'optimiser les conditions conduisant à un SSP riche en P_2O_5 . Pour cela, nous avons opéré sur le phosphate issu du gisement de Kef Senoun.

Le travail a été effectué sur un minerai déjà débourbé par voie humide avec un TPL de 73% à 75% puis séché au four rotatif.

II. 2. Description de l'expérience

Une quantité de 30g de phosphate est attaquée en quantités stœchiométriques par une solution d'acide sulfurique en présence d'eau. Les paramètres de fonctionnement tels que la température de la réaction, la durée et la vitesse de l'agitation, la granulométrie des particules, la concentration de l'acide sulfurique sont préalablement fixés. Le phosphate est introduit dans un réacteur thermostaté muni d'un agitateur. L'acide sulfurique préalablement préparé est rajouté, avec de l'eau distillée, au phosphate en quantités stœchiométriques. L'agitation est assurée par un agitateur mécanique à une vitesse de 200tr/min, la vitesse d'agitation est fixe pour des durées allant de 10 à 30 minutes.

La bouillie formée (SSP) est laissée au repos pendant quelques jours et on prélève, à intervalles de temps déterminés, des prises d'essai de 2.5g pour déterminer le pourcentage du P_2O_5 soluble en utilisant le spectrophotomètre UV/Visible.

II.2.1. Préparation des réactifs

- Calcul de la quantité de réactif pour la fabrication des SSP

Nous avons utilisé l'acide sulfurique à une pureté de 95% pour attaquer le minerai de phosphate.

Pour la fabrication de SSP à partir d'un minerai de phosphate à 34%, il est nécessaire d'utiliser les quantités suivantes :

- 626 Kg de phosphate à 34%.
- 390Kg d'acide sulfurique à 92%
- 90Kg d'eau.

Dans notre cas

552Kg de phosphate 30% nécessite 90 Kg d'eau et 402.7Kg d'acide sulfurique à 95%

Alors :

30g de phosphate nécessite 4.89g d'eau, cette valeur correspond à 4.3ml et 21.54g d'acide sulfurique de masse volumique 1.84 g/cm^3 , c'est l'équivalent de 11.89ml.

- Fabrication du Réactif Vanado-Molybdates

Le RVM (Réactif Vanado-Molybdates) va servir pour la complexation des phosphates présent dans les échantillons de l'expérience en donnant une couleur jaune de la quelle on pourra déterminer la concentration des phosphates en mesurant l'absorbance des échantillons par spectrophotométrie.

Pour la fabrication on a besoin de mélanger dans l'ordre et en proportion égales les trois solutions A, B et C. ces solutions sont préparées de la manière suivante

Solution A : Préparer 2000 ml d'une solution contenant un volume de HNO_3 ($d = 1,38$) et deux volumes d'eau distillée.

Solution B : - Dissoudre 5g de méta-vanadate d'ammonium NH_4VO_3 dans 500ml de l'eau distillée bouillante. - Ajouter 40 ml de HNO_3 ($d = 1,38$) et compléter à 2000 ml avec de l'eau distillée et laisser refroidir.

Solution C : Dissoudre 100g de molybdate d'ammonium $\text{Mo}_7\text{O}_{24} (\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{O}$ dans 1500 ml d'eau bouillante et compléter à 2000 ml par l'eau distillée.



Fig.5 : Préparation des solutions A, B et C par Agitation Magnétique et chauffage à ébullition sur plaques chauffantes électriques

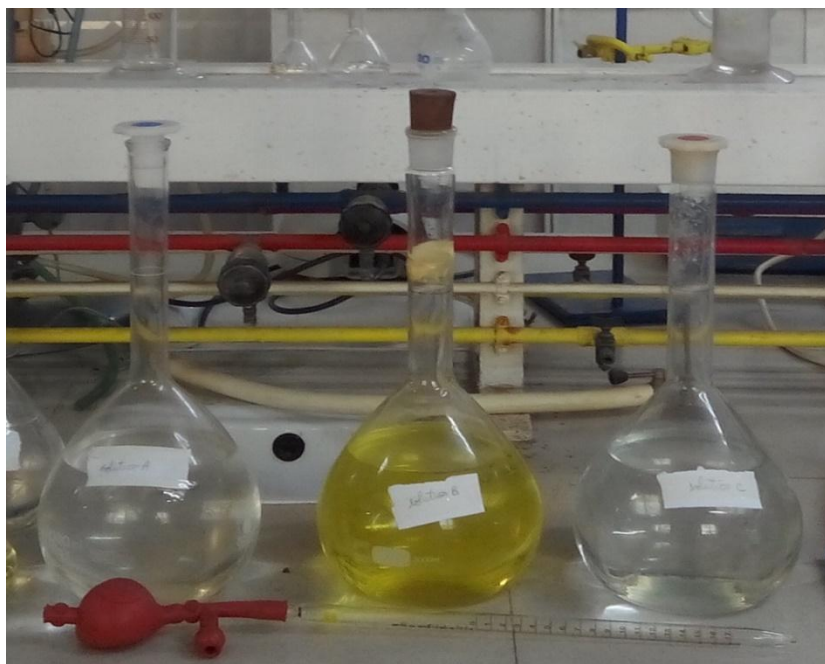


Fig.6 : Solutions A, B et C diluées dans des fioles jaugées de 2000ml et prêtes à l'emploi
II.2.2. Préparation du minerai utilisé

L'étude est faite sur le minerai à deux granulométries différentes.
Le phosphate utilisé pour la fabrication de SSP est un minerai débourbé traité par voie humide avec un TPL de 73% à 75%. Il passe par les étapes de préparation suivante :

II.2.2.1. Préparation du minerai non broyé

- **Tamissage** : Le minerai déjà concassé est tamisé à une granulométrie inférieure à 250 microns pour obtenir un produit grossièrement broyé.



Fig.7 : Tamissage du produit débourbé à une granulométrie inférieure à 250 microns

- **Échantillonnage** : le minerai grossièrement broyé obtenu après tamissage est introduit dans un échantillonneur rotatif pour une répartition homogène des échantillons.

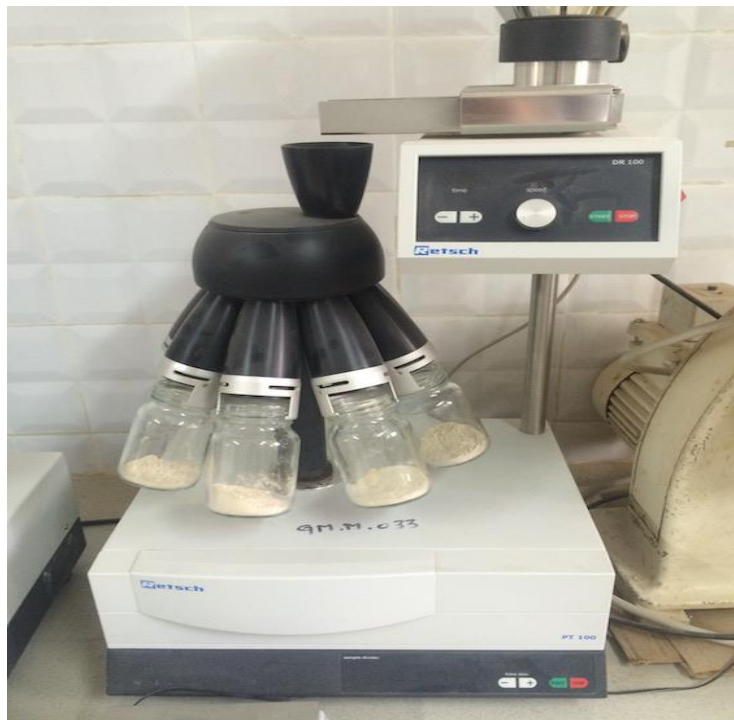


Fig.8 : Échantillonneur rotatif pour répartition homogène des échantillons

- **Pesée :** Les échantillons sont ensuite pesés sur une balance électronique semi-analytique sensible et à précision. Les échantillons sont de 30g chacun et sont mis dans des sacs de préservation.



Fig.9 : Balance électronique de laboratoire à précision 0,001mg

II.2.2.2. Préparation du minerai finement broyé

- **Broyage :** le minerai préalablement tamisé est introduit dans un broyeur mécanique à boulets et laissé en rotation pendant 30 minutes afin d'obtenir un produit finement broyé dont la grosseur est comprise entre 80 et 65 Microns.
Pour effectuer le broyage il faut utiliser une masse de boulets trois fois la masse du produit.

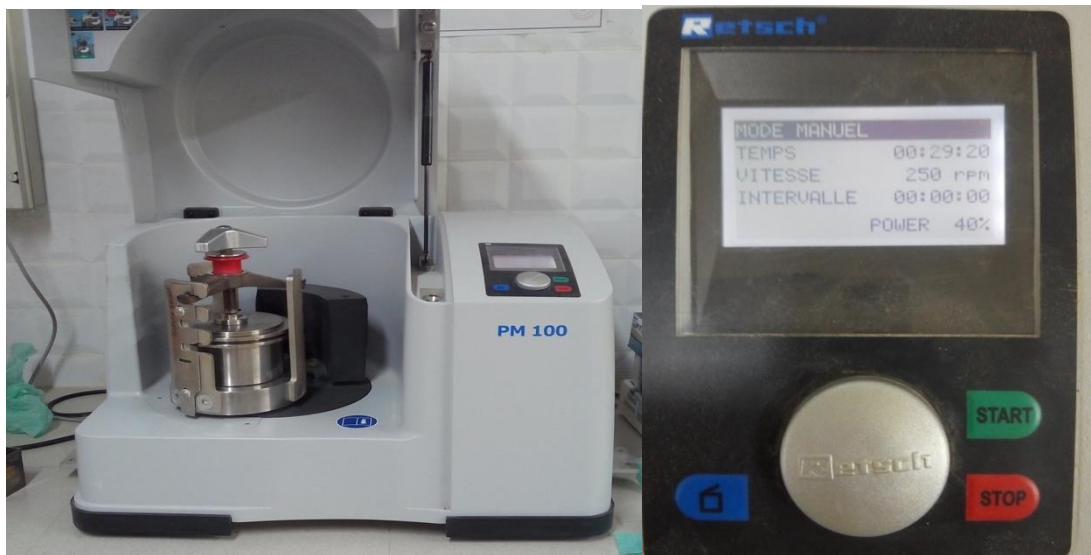


Fig.10 : Préparation du produit pour un broyage fin pendant 30 minutes



Fig.11 : Produit débourbé après 30 minutes de broyage

- **Échantillonnage** : le minerai finement broyé obtenu est introduit dans un échantillonneur rotatif pour une répartition homogène des échantillons.
- **Pesée** : Les échantillons sont ensuite pesés sur une balance électronique semi micro analytique sensible et à précision.

II.2.2.3. Fabrication des SSP

Les échantillons de produits grossièrement broyés et finement broyés sont mis dans des béchers en téflon résistants aux attaques acides et aux températures ambiantes, on ajoute 4.82ml d'eau distillée à l'aide d'une burette graduée, et on ajoute 11.89 ml d'acide sulfurique dont la pureté est de 95% à 97%,

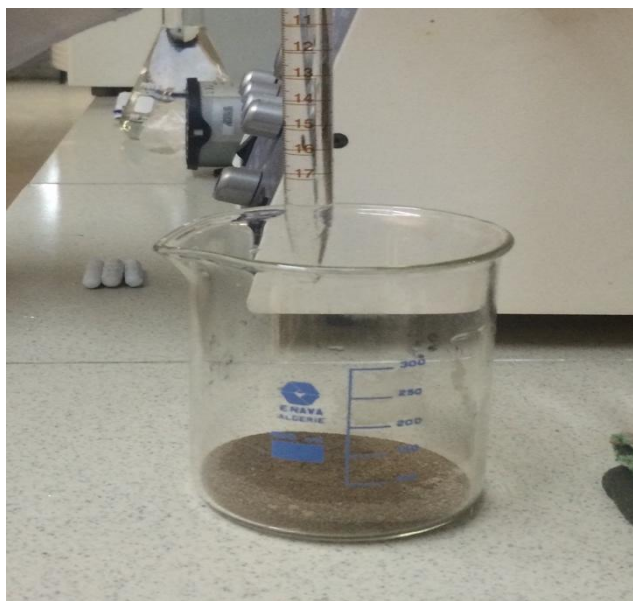


Fig.12 : Attaque du minerai phosphaté par l'acide sulfurique

L'échantillon est introduit dans un bain marie fixé à une température déterminée et muni d'un agitateur mécanique dont la vitesse est fixée à 200tr/min.

Remarque : L'attaque du minerai phosphaté par l'acide sulfurique engendre des dégagements de gaz toxique, il est important de faire les expériences sous une hotte sécurisée munie d'un dispositif d'extraction des vapeurs toxiques.

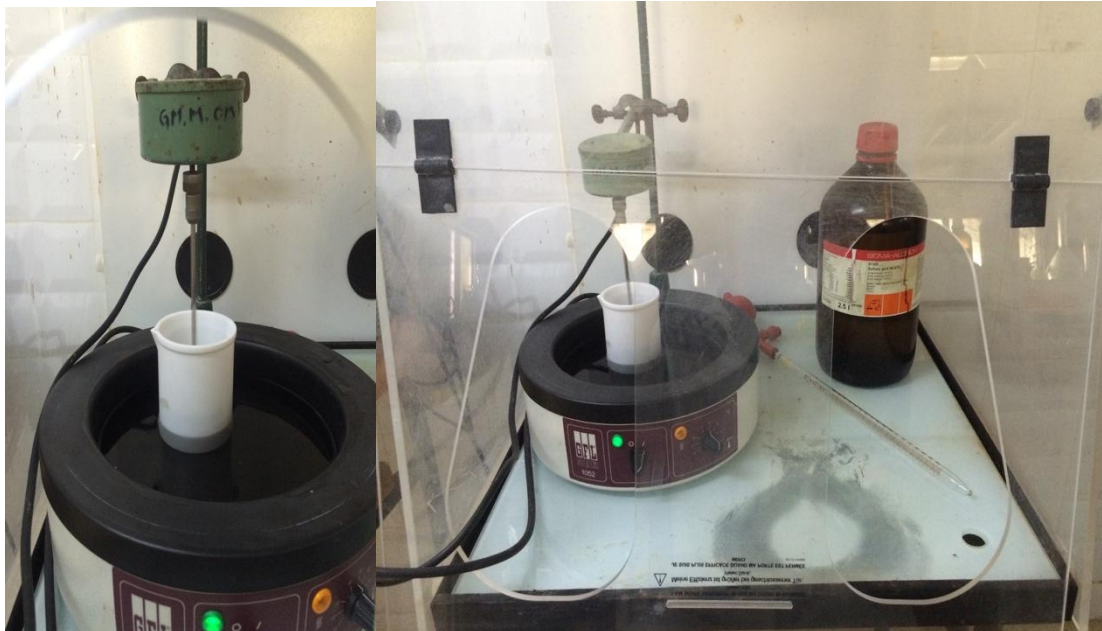


Fig.13 : Etapes de mise en agitation des produits sous une hotte

II.2.2.4. Mise en repos des échantillons

Après que l'agitation soit terminée, les SSP obtenus sont recouvert de papier aluminium pour une isolation thermique et pour éviter la contamination des produits avec l'air externe et sont laissées au repos pour des périodes différentes allant de 2 à 15 jours.

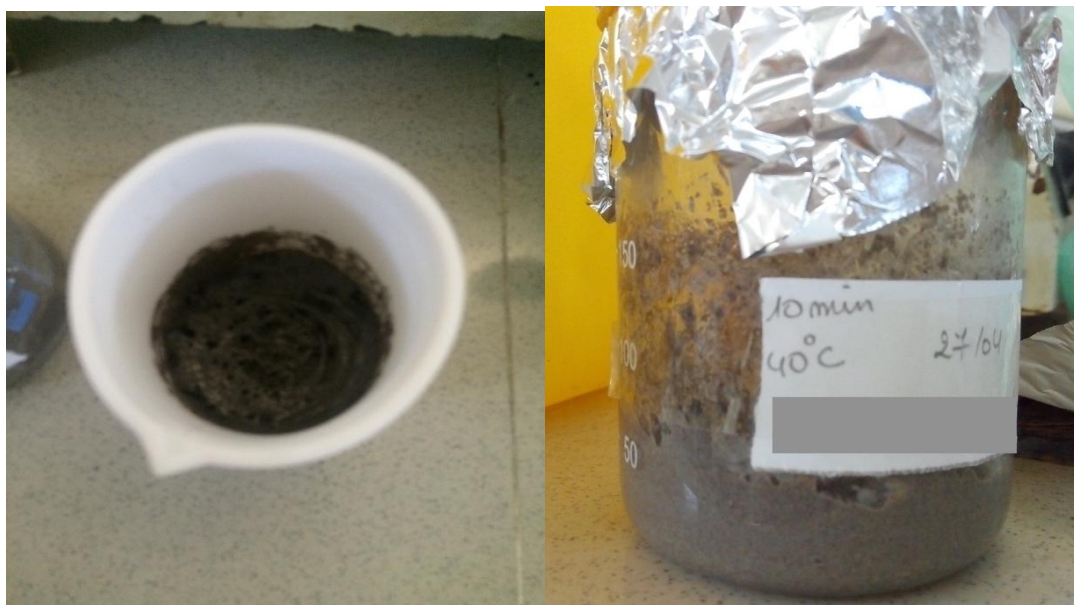


Fig.14 : Mise en repos des SSP

II.3. Analyse des SSP obtenus

II.3.1 Méthode de dosage de P_2O_5

Le dosage est réalisé par spectrophotométrie. Le principe du dosage du P_2O_5 est basé sur la complexation des ions phosphates, des ions vanadates et des ions molybdates afin d'obtenir un complexe phospho-vanadomolybdique d'une couleur jaunâtre. Le taux de P_2O_5 est mesuré par spectrophotométrie.

MODE OPÉRATOIRE

- Fabrication de la solution mère

On a pesé 0.381g de dihydrogénophosphate de potassium KH_2PO_4 que l'on a dissous dans une fiole jaugée de 1,0 L et on a complété au trait de jauge à l'eau distillée. Soit M la solution obtenue de concentration massique 0.381 g.L^{-1} et de concentration molaire $0.0028 \text{ mol.L}^{-1}$. La concentration molaire en phosphore de cette solution est de $6,38 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$

- Préparation des solutions filles

Pour préparer une échelle de teinte, on prépare 6 tubes à essai numérotés de 0 à 5 et un tube noté X qui contient l'échantillon à analyser, les tubes sont remplis de la façon suivante :

Tab.2 : Présentation des solutions fille

Tube	0	1	2	3	4	5	X
$V_{\text{eau}} \text{ (ml)}$	7.5	7	6.5	5.5	5	4.5	6.5
$V_M \text{ (ml)}$	0	0.5	1	2	2.5	3	0
$C_i \cdot 10^{-4} \text{ (mol.L}^{-1}\text{)}$	0	0.43	0.85	1.7	2.13	2.55	
$V_R \text{ (ml)}$	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5

C_i : la concentration molaire en phosphore des solutions étalons (solutions filles)

Le tube 0 présente la solution 0 par rapport aux solutions étalons.

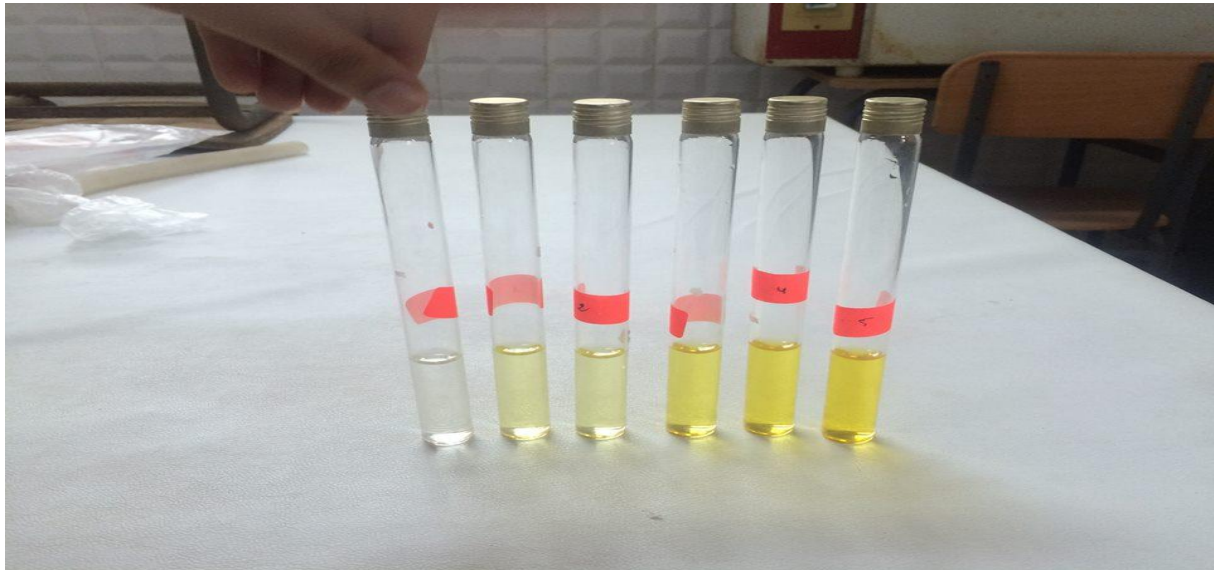


Fig.15 : Préparation des solutions filles pour tracer la courbe d'étalonnage

II.3.3. Traçage de la courbe d'étalonnage

- **Réglage de la longueur d'onde**
- L'absorbance A_λ est fonction de la concentration C de la solution et de la longueur de solution à traverser, et ces dernières sont fonction de la longueur d'onde de travail, elle est choisie en fonction des spectres d'absorbance.
- On introduit la cuve en quartz remplie de solution mère contenue dans le tube 0
- On commence l'analyse de l'échantillon pour obtenir un domaine de longueur d'onde pour mesurer les solutions filles.

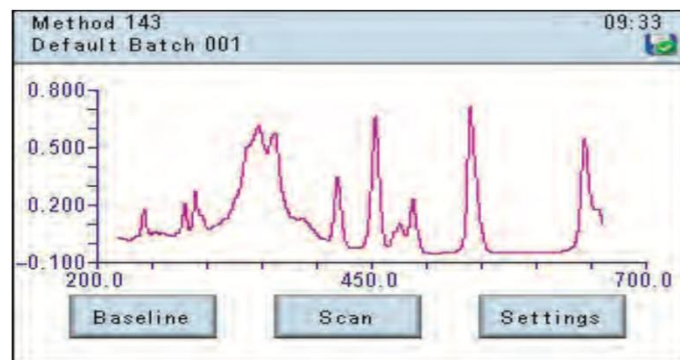


Fig.16 : Réglage de la longueur d'onde

- La longueur d'onde d'absorbance maximale est ici $\lambda_{\max}=470$ nm, il sera donc préférable de travailler à cette longueur d'onde.
- Après avoir déterminé la longueur d'onde, on calibre l'appareil au zéro qui va être la référence de mesure des solutions filles.
- On mesure les absorbances des 6 tubes contenant les solutions filles et on trace la courbe d'étalonnage.

Tab.3 : tableau d'étalonnage

Tableau d'étalonnage						
Tubes	0	1	2	3	4	5
absorbance	0	0.081	0.142	0.308	0.377	0.459
$C_i \cdot 10^{-4} (\text{mol.L}^{-1})$	0	0.43	0.85	1.7	2.13	2.55

La courbe d'étalonnage présente la variation de l'absorbance en fonction de la concentration en phosphore.

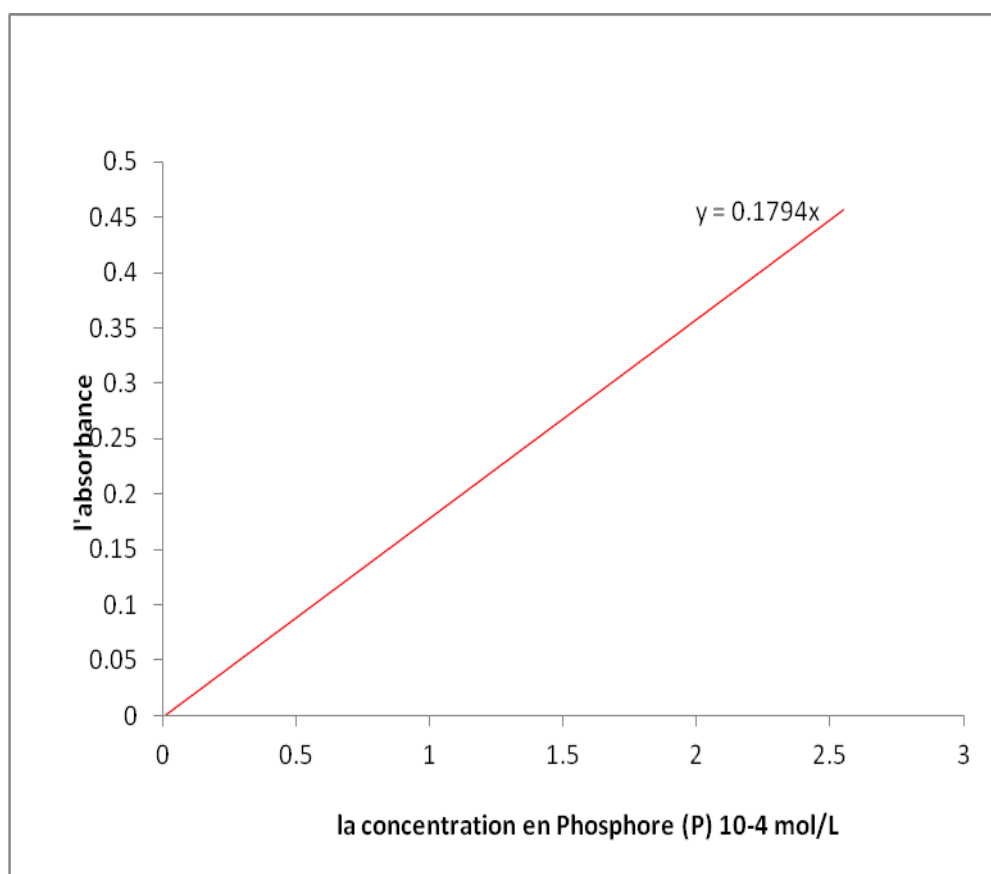


Fig.17 : la courbe d'étalonnage

II.3.4. Fabrication de la solution S de l'échantillon à analyser

- On pèse avec précision sur une balance électronique une masse d'engrais $m = 2,5$ g.



Fig.18 : Balance électronique sensible semi micro analytique a précision 0.001mg

- On transvase sans perte dans une fiole jaugée de volume $V_p = 1000$ ml.
- On complète au trait de jauge à l'eau distillée.
- Diluer 10 fois la solution obtenue afin d'obtenir 100 ml de solution S de concentration massique en engrais 0.25 g.L^{-1} et mettre sur un agitateur magnétique pour bien homogénéiser



Fig.19 : Agitation magnétique de la solution S

- On prélève 1ml à l'aide d'une pipette graduée de la solution S et on la met dans un tube à essai.
- On dose l'échantillon avec 6.5ml d'eau distillée à l'aide d'une burette graduée.
- Et enfin, on ajoute 2.5ml de RVM (Réactif Vanado-Molybdates) et on agite à la main.

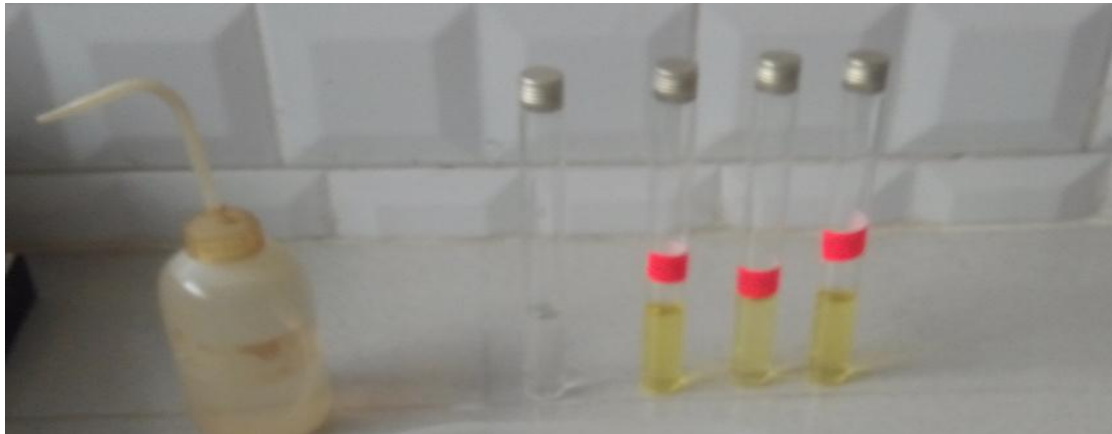


Fig.20 : Echantillons prêts à passer au spectrophotomètre UV-Visible

Utilisation Du Photo-Spectromètre UV/Visible

- Les étapes suivantes sont effectuées en fixant la longueur d'onde à 470 nm :
- On commence par calibrer l'appareil au zéro avec une solution neutre contenant uniquement 7.5ml d'eau distillée et 2.5ml d'RVM qui est la solution 0.
- On remplit les cuves en quartz avec les solutions S et on effectue l'analyse de l'échantillon.
- Enfin, on lit le résultat de l'absorbance obtenu sur l'écran de l'appareil.



Fig.21 : Calibrage de l'appareil au zéro



Fig.22 : Analyse de l'échantillon S

II.4. Résultats de l'analyse spectrophotométrique

A- Résultats obtenus à partir du phosphate débourbé non broyé

1- SSP obtenu après 10 minutes d'agitation

Tab.4 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute
(durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 10 mn, $T = 40\text{ }^\circ\text{C}$)

Température d'attaque sulfurique = $40\text{ }^\circ\text{C}$					
Temps de séjour (jours)	4	6	8	12	14
L'absorbance	0.181	0.189	0.206	0.272	0.368
$C \cdot 10^{-4}$ (mol.L ⁻¹)	1.006	1.050	1.144	1.511	2.044
P ₂ O ₅ (%)	21.418	22.365	24.377	32.187	43.547

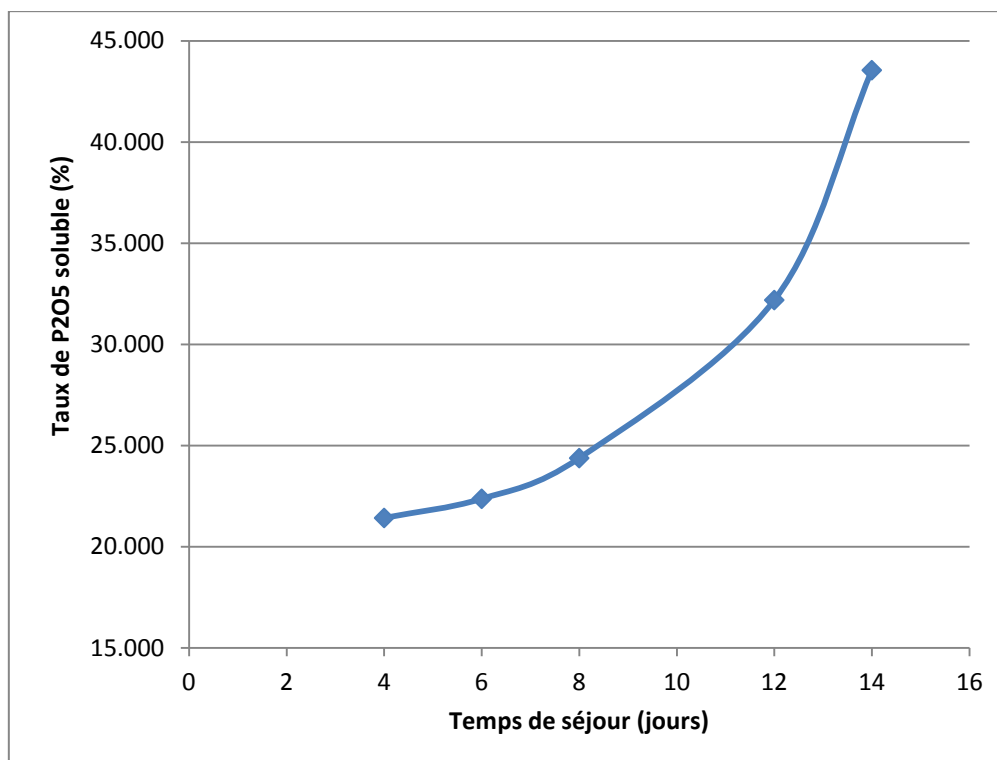


Fig.23 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour
(SSP Kef Senoun : $T = 40\text{ }^\circ\text{C}$, temps d'agitation = 10 min).

Interprétation du résultat

- D'après les résultats, pour un produit débourbé **non broyé**, ayant subi une agitation pendant 10 minutes à une température de $40\text{ }^\circ\text{C}$, on obtient des taux de P₂O₅ **croissants** en fonction du temps de mûrissement de l'engrais. Le taux maximal après 14 jours de repos est d'environ **43.547 %**.

Tab.5 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnune
(durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 10 mn, T = 50 °C)

Température d'attaque sulfurique = 50 °C					
Temps de séjour (jours)	4	6	8	12	14
L'absorbance	0.174	0.168	0.216	0.277	0.201
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	0.967	0.933	1.200	1.539	1.117
P ₂ O ₅ (%)	20.590	19.880	25.560	32.778	23.785

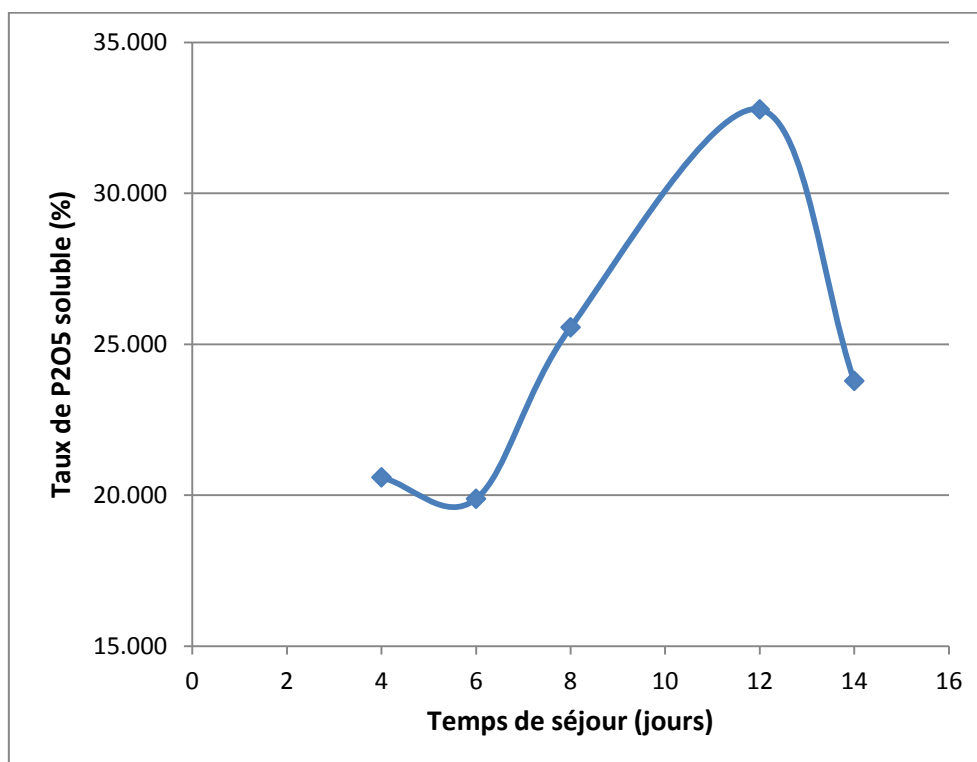


Fig.24 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour
(SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 10 min).

Interprétation du résultat

- Pour un échantillon déboubré **non broyé** et agité pendant 10 minutes à une température de 50 °C, on obtient des teneurs de P₂O₅ **variables** en fonction du temps de mûrissement de l'engrais, le taux étant légèrement stable durant les premiers jours de repos et commence son accroissement après le sixième jour pour atteindre une valeur maximale de **32.778%** le douzième jour de repos.

Tab.6 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoune
(durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 10 mn, T = 60 °C)

Température d'attaque sulfurique = 60 °C					
Temps de séjour (jours)	4	6	8	12	14
L'absorbance	0.175	0.224	0.165	0.277	0.206
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	0.972	1.244	0.917	1.539	1.144
P ₂ O ₅ (%)	20.708	26.507	19.525	32.778	24.377

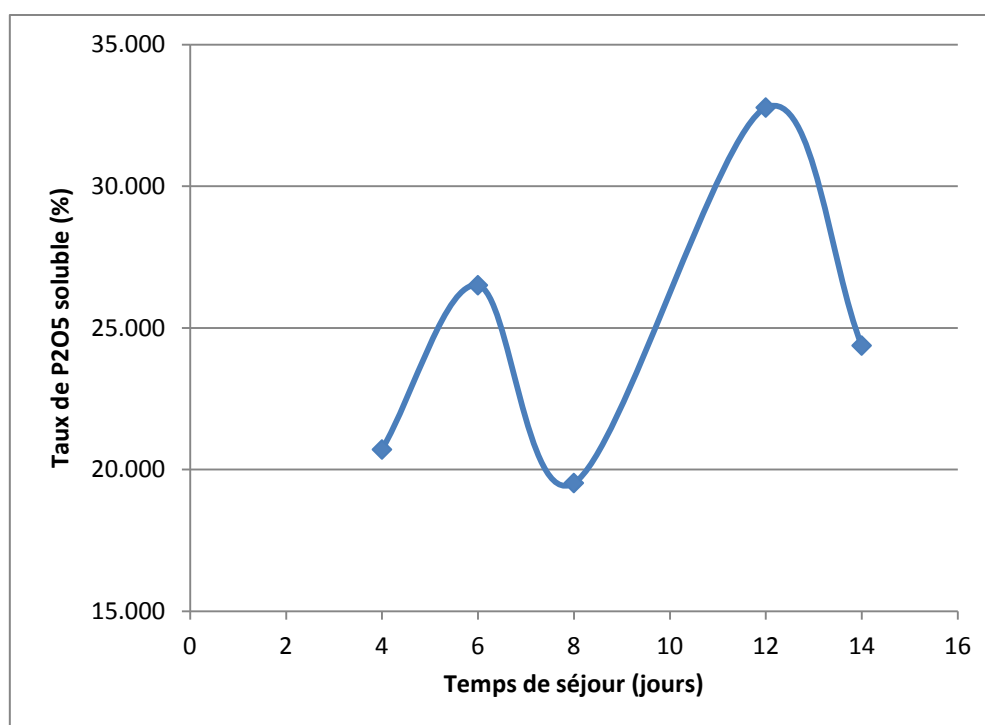


Fig.25 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour
(SSP Kef Senoun : T = 60 °C, temps d'agitation = 10 min).

Interprétation du résultat

- Nous remarquons que pour un minerais de phosphate débourbé **non broyé** et agité pendant 10 minutes à une température de 60 °C, la courbe montre deux pics dont les valeurs sont 26.50% et 32.77% respectivement.

2- SSP obtenu après 20 minutes d'agitation

Tab.7 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute
(durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 20 mn, T = 40 °C)

Température d'attaque sulfurique = 40 °C					
Temps de séjour (jours)	4	6	8	12	14
L'absorbance	0.182	0.212	0.215	0.211	0.268
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	1.011	1.178	1.194	1.172	1.489
P ₂ O ₅ (%)	21.537	25.087	25.442	24.968	31.713

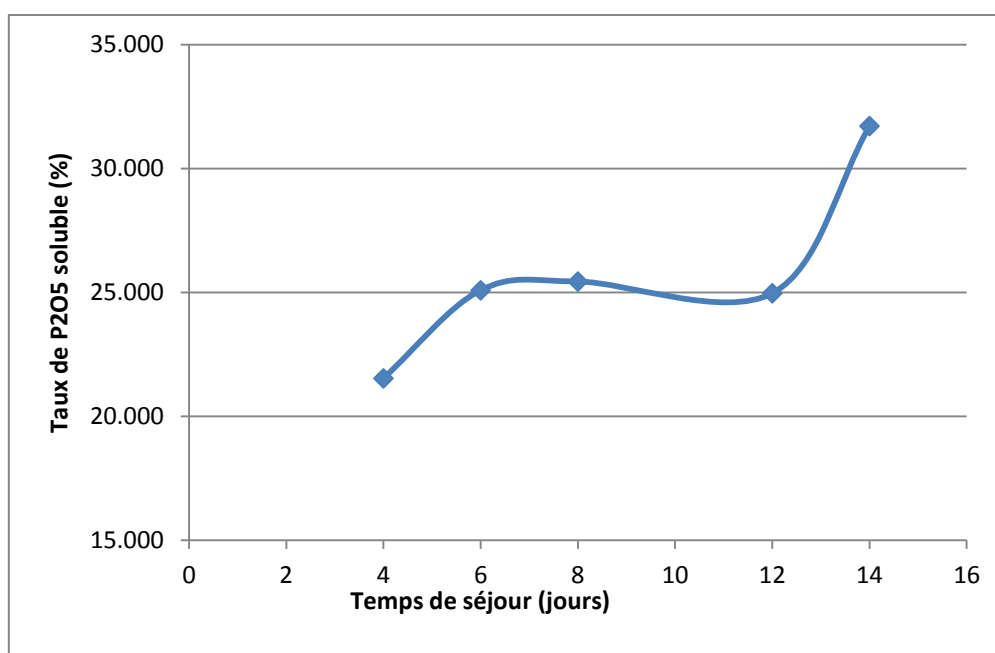


Fig.26 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour
(SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 20 min).

Interprétation du résultat

- En ce qui concerne l'échantillon de minerai débourbé **non broyé et** agité pendant 20 minutes à une température de 40 °C, on obtient des taux de P₂O₅ **plus ou moins stables** en fonction du temps de murissement de l'engrais durant la période comprise entre 4 et 12 jours puis le taux augmente à la fin du séjour pour atteindre une valeur maximale de **31.713 %**.

Tab.8 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute
(durée de l'attaque du phosphate par H₂SO₄ = 20 mn, T = 50 °C)

Température d'attaque sulfurique = 50 °C					
Temps de séjour (jours)	4	6	8	12	14
L'absorbance	0.168	0.222	0.219	0.267	0.196
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	0.933	1.233	1.217	1.483	1.089
P ₂ O ₅ (%)	19.880	26.270	25.915	31.595	23.193

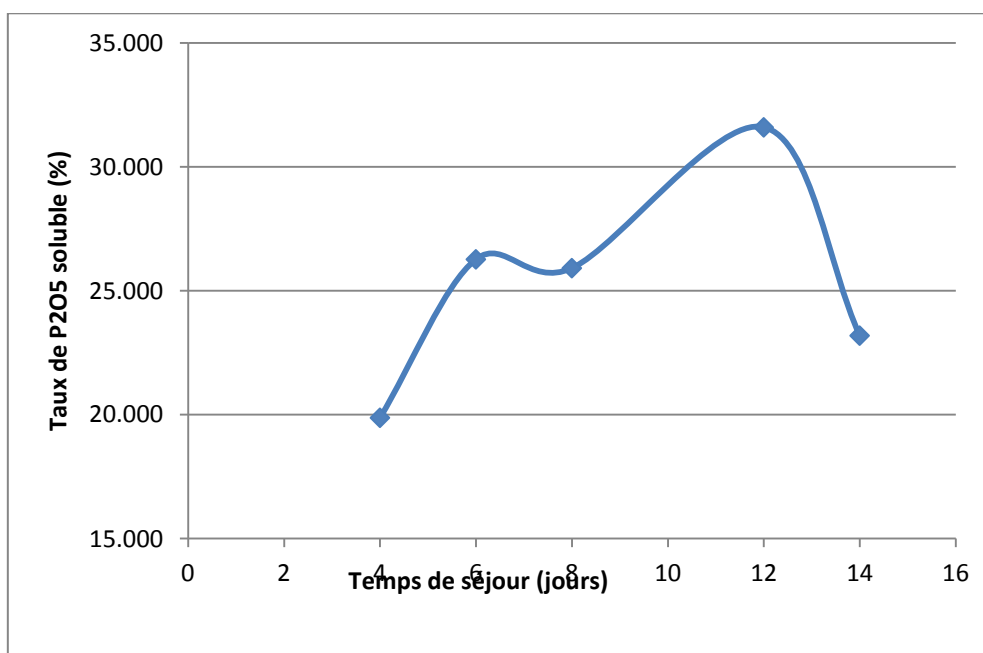


Fig.27 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour
(SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 20 min).

Interprétation du résultat

- L'échantillon débourbé **non broyé** ayant subi une agitation pendant 20 minutes à une température de 50 °C donne des pourcentages de P₂O₅ **croissants** en fonction du temps de murissement de l'engrais pendant les 12 premiers jours pour atteindre un taux maximal de **31.595 %**, puis il décroît fortement durant le reste du séjour.

Tab.9 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute
(durée de l'attaque du phosphate par $H_2SO_4 = 20$ mn, $T = 60$ °C)

Température d'attaque sulfurique = 60 °C					
Temps de séjour (jours)	4	6	8	12	14
L'absorbance	0.16	0.148	0.168	0.224	0.209
$C \cdot 10^{-4}$ (mol.L ⁻¹)	0.889	0.822	0.933	1.244	1.161
P ₂ O ₅ (%)	18.933	17.513	19.880	26.507	24.732

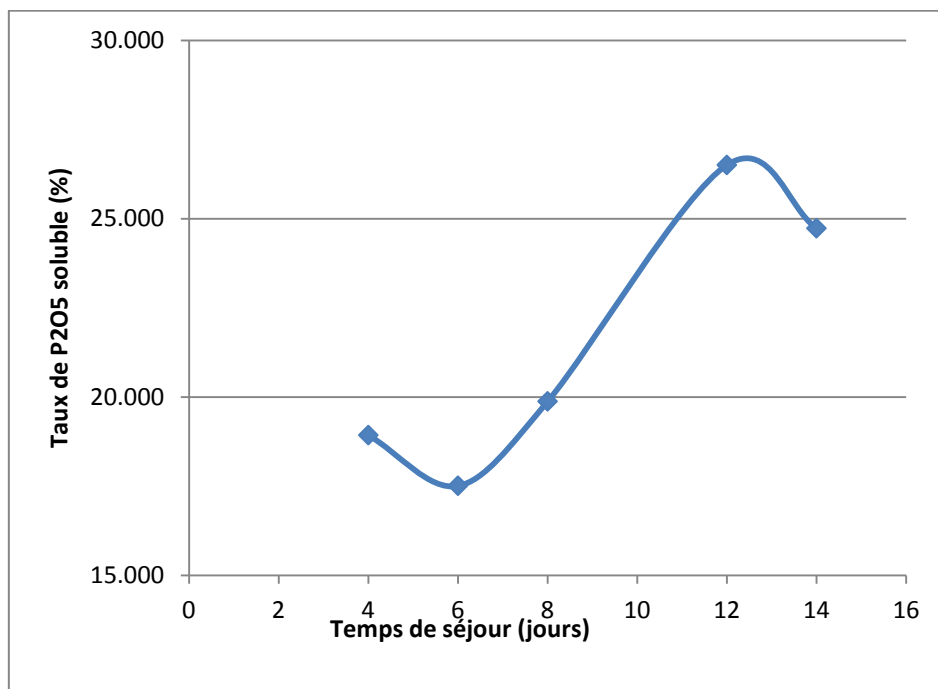


Fig.28 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour
(SSP Kef Senoun : $T = 60$ °C, temps d'agitation = 20 min).

Interprétation du résultat

- Pour un minerai de phosphate débourbé **non broyé** et agité pendant 20 minutes à une température de 60 °C, on observe des taux de P₂O₅ **variables** en fonction du temps de mûrissement de l'engrais avec un taux compris entre 17 et 19% durant les premiers jours puis les teneurs augmentent jusqu'à atteindre 26.507% au bout du douzième jour.

3- SSP obtenu après 30 minutes d'agitation

Tab.10 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoue (durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 30 mn, T = 40 °C)

Température d'attaque sulfurique = 40 °C					
Temps de séjour (jours)	4	6	8	12	14
L'absorbance	0.187	0.205	0.198	0.27	0.349
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	1.039	1.139	1.100	1.500	1.939
P ₂ O ₅ (%)	22.128	24.258	23.430	31.950	41.298

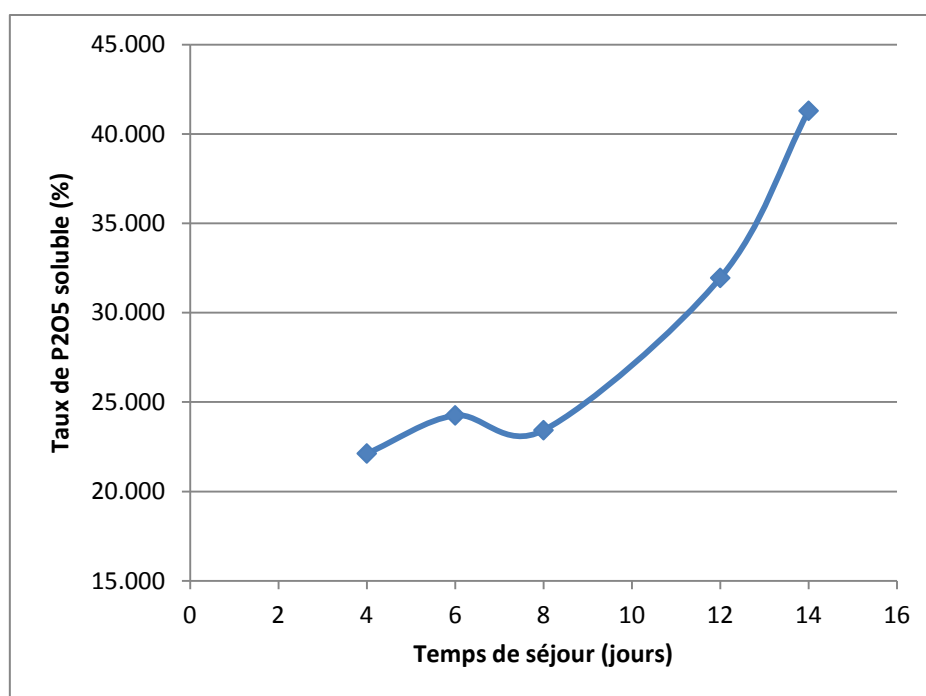


Fig.29 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 30 min).

Interprétation du résultat

- Nous constatons que l'échantillon **non broyé** ayant subi une agitation pendant 30 minutes à une température de 40 °C présente une allure relativement exponentielle. Le taux de P₂O₅ maximal est de 41.298% après 14 jours de repos.

Tab.11 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoue
(durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 30 mn, T = 50 °C)

Température d'attaque sulfurique = 50 °C					
Temps de séjour (jours)	4	6	8	12	14
L'absorbance	0.168	0.156	0.216	0.257	0.23
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	0.933	0.867	1.200	1.428	1.278
P ₂ O ₅ (%)	19.880	18.460	25.560	30.412	27.217

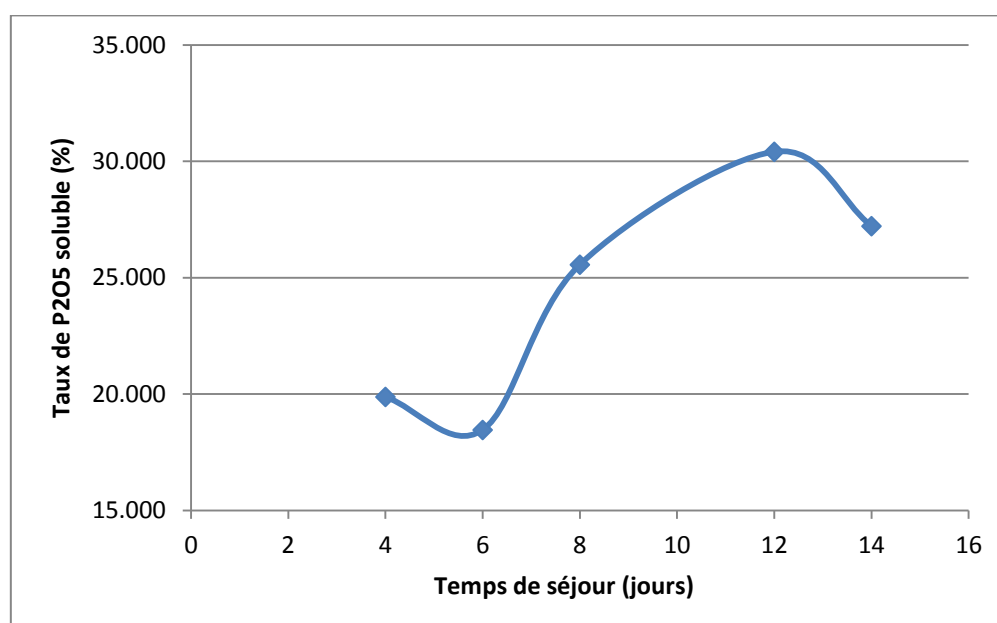


Fig.30 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour
(SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 30 min).

Interprétation du résultat

- Pour un minerai **non broyé** et agité pendant 30 minutes à une température de 50 °C, on obtient des teneurs de P₂O₅ **variables** en fonction du temps de séjour avec un taux compris entre 18 et 19% au début puis le taux accroît fortement pour atteindre une valeur de 30.412% après le douzième jour.

Tab.12 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoune (durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 30 mn, T = 60 °C)

Température d'attaque sulfurique = 60 °C					
Temps de séjour (jours)	4	6	8	12	14
L'absorbance	0.174	0.167	0.193	0.236	0.252
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	0.967	0.928	1.072	1.311	1.400
P ₂ O ₅ (%)	20.590	19.762	22.838	27.927	29.820

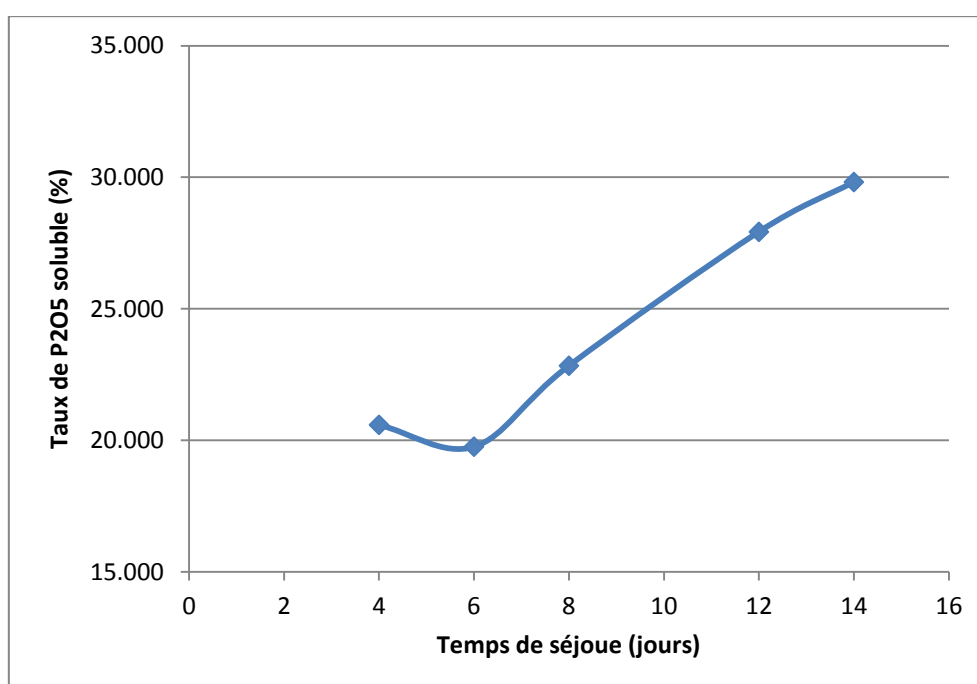


Fig.31 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 60 °C, temps d'agitation = 30 min).

Interprétation du résultat

- On remarque que l'échantillon **non broyé** et agité pendant 30 minutes à une température de 60 °C donne des taux de P₂O₅ **croissants**. Un taux maximal de 29.820% est atteint après 14 jours de repos.

B- Résultats obtenus à partir du phosphate débourbé finement broyé

1- SSP obtenu après 10 minutes d'agitation

Tab.13 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoune broyé (durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 10 mn, T = 40 °C)

Température d'attaque sulfurique = 40 °C				
Temps de séjour (jours)	4	6	8	13
L'absorbance	0.181	0.192	0.225	0.189
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	1.006	1.067	1.250	1.050
P ₂ O ₅ (%)	21.418	22.720	26.625	22.365

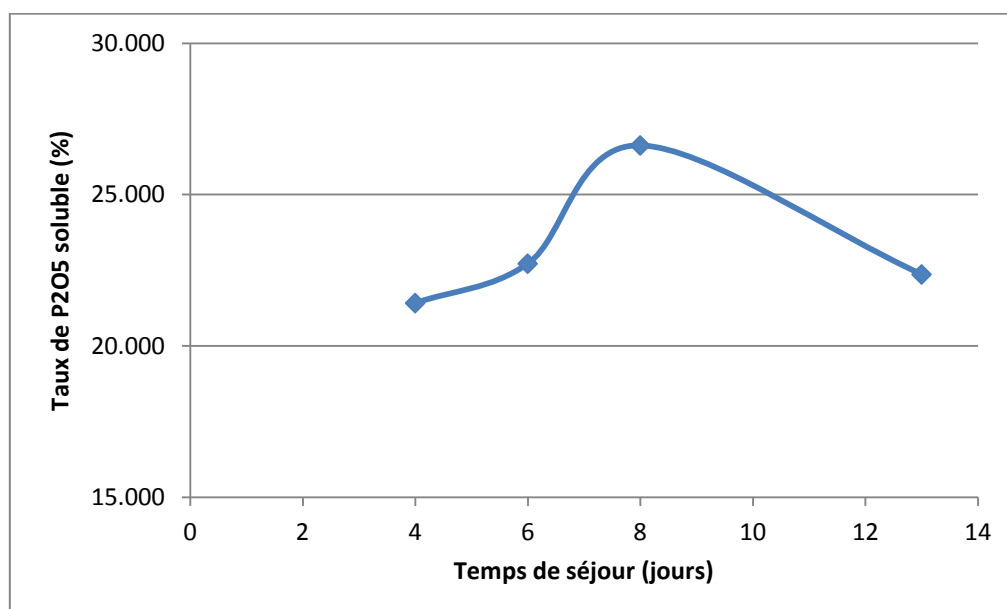


Fig.32 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 10 min).

Interprétation du résultat

- Les teneurs de P₂O₅ pour un produit **broyé** et agité pendant 10 minutes à une température de 40 °C sont **variables** en fonction du temps de mûrissement de l'engrais dont les valeurs sont comprises entre 21 et 26%.

Tab.14 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute broyé
(durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 10 mn, T = 50 °C)

Température d'attaque sulfurique = 50 °C				
Temps de séjour (jours)	4	6	8	13
L'absorbance	0.187	0.213	0.152	0.269
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	1.039	1.183	0.844	1.494
P ₂ O ₅ (%)	22.128	25.205	17.987	31.832

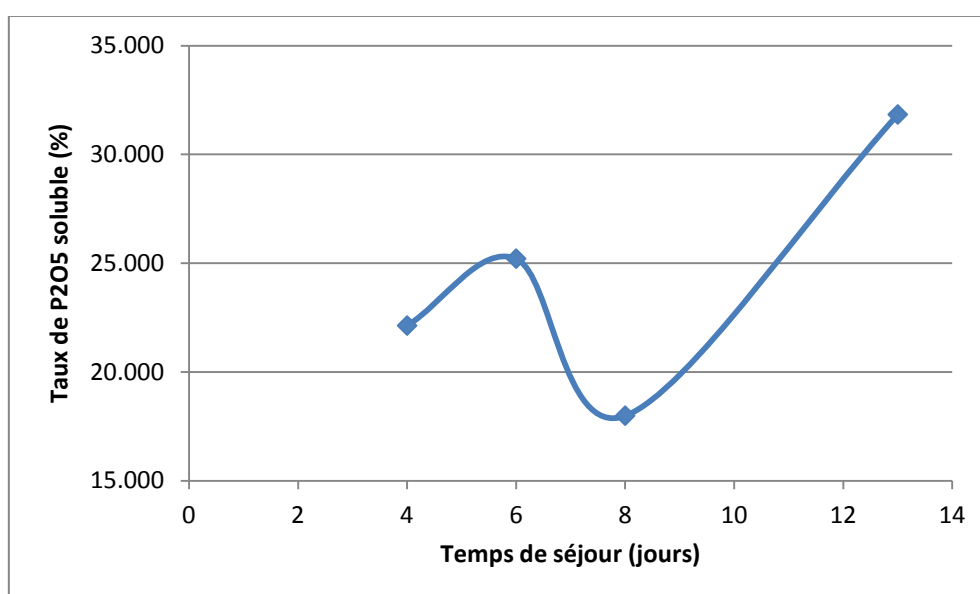


Fig.33 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour
(SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 10 min).

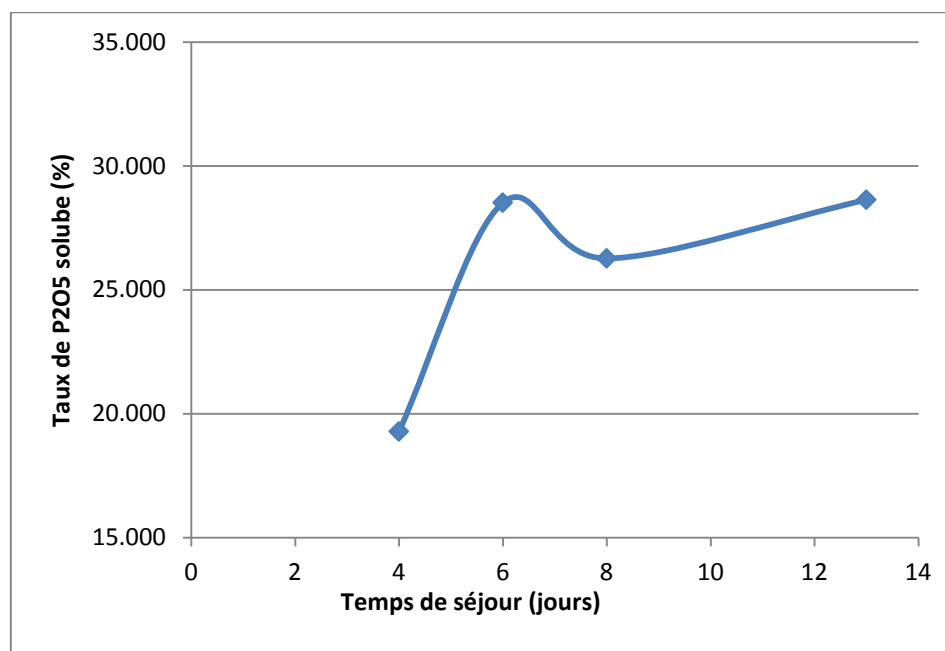
Interprétation du résultat

- L'échantillon **broyé** ayant subi une agitation pendant 10 minutes à une température de 50 °C indique des taux de P₂O₅ **variables** en fonction du temps de mûrissement de l'engrais. Le taux maximal atteint 31.832% après 13 jours de repos.

2- SSP obtenu après 20 minutes d'agitation :

Tab.15 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoune broyé (durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 20 mn, T = 40 °C)

Température d'attaque sulfurique = 40 °C				
Temps de séjour (jours)	4	6	8	13
L'absorbance	0.163	0.241	0.222	0.242
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	0.906	1.339	1.233	1.344
P ₂ O ₅ (%)	19.288	28.518	26.270	28.637

Fig.34 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 20 min).**Interprétation du résultat**

- Pour un minéral **broyé** et agité pendant 20 minutes à une température de 40 °C, on obtient des pourcentages de P₂O₅ **croissants** en fonction du temps de mûrissement de l'engrais durant les 6 premiers jusqu'à atteindre une valeur maximale de 28.637%.

Tab.16 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoune (durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 20 mn, T = 50 °C)

Température d'attaque sulfurique = 50 °C				
Temps de séjour (jours)	4	6	8	13
L'absorbance	0.273	0.238	0.229	0.273
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	1.517	1.322	1.272	1.517
P ₂ O ₅ soluble (%)	32.305	28.163	27.098	32.305

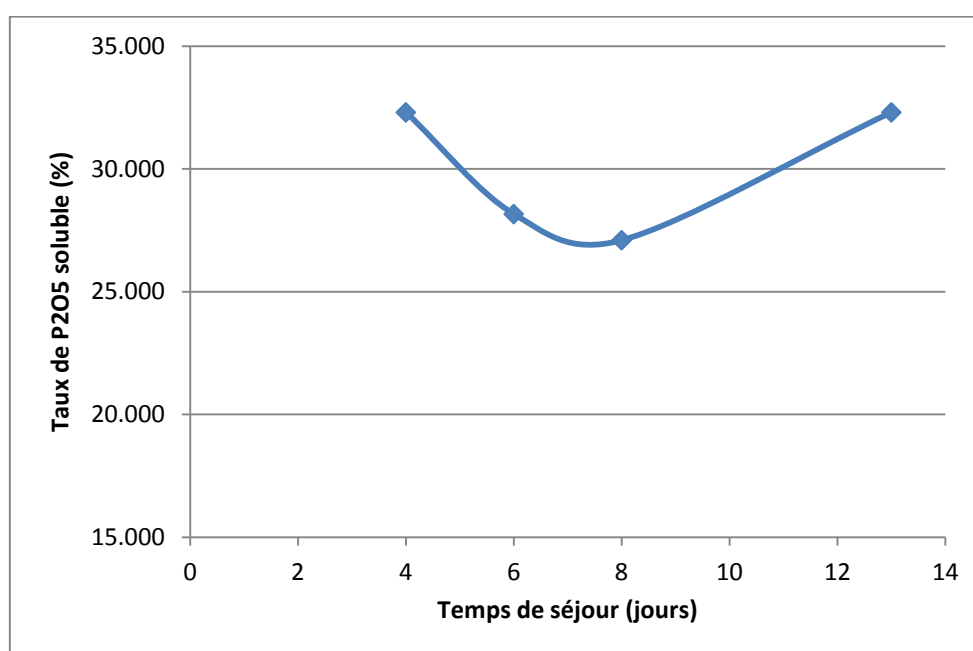


Fig.35 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 20 min).

Interprétation du résultat

- Le produit **broyé** et agité pendant 20 minutes à une température de 50 °C donne des taux de P₂O₅ **croissants** en fonction de murissement de l'engrais. Après 14 jours de repos, le taux est de **43.547 %**.

3- SSP obtenu après 30 minutes d'agitation

Tab.17 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoute broyé (durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 30 mn, T = 40 °C)

Température d'attaque sulfurique = 40 °C				
Temps de séjour (jours)	4	6	10	13
L'absorbance	0.231	0.213	0.217	0.277
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	1.283	1.183	1.206	1.539
P ₂ O ₅ (%)	27.335	25.205	25.678	32.778

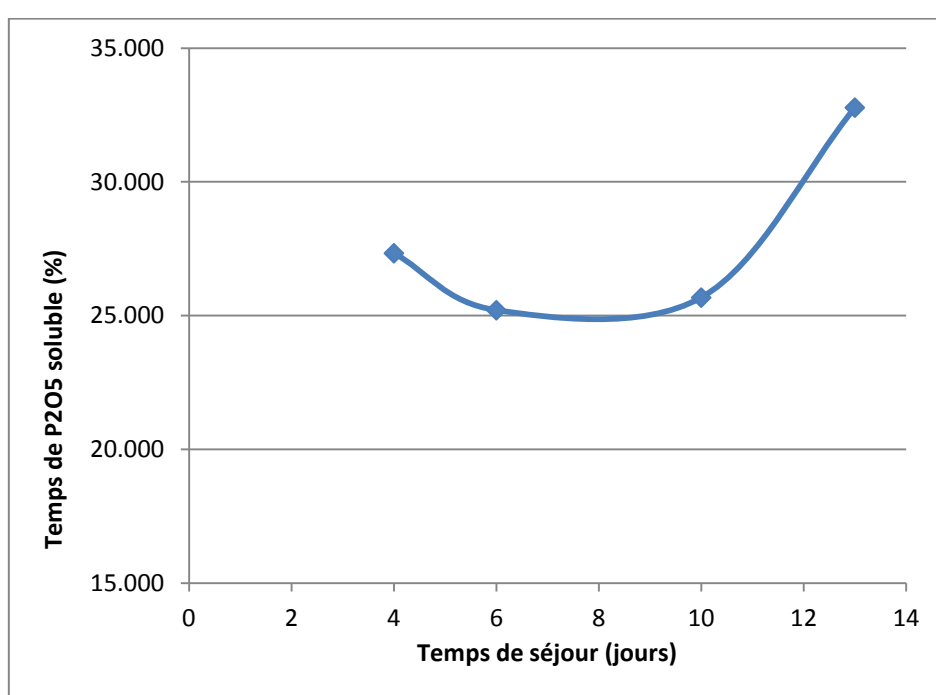


Fig.36 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 40 °C, temps d'agitation = 30 min).

Interprétation du résultat

- Pour un produit **broyé** ayant subi une agitation pendant 30 minutes à une température de 40°C, la courbe présente une allure relativement exponentielle avec un taux maximal de 32.778% après 13 jours de repos.

Tab.18 : Analyse du mûrissement du SSP obtenu du phosphate de Kef Essnoune broyé (durée de l'attaque du phosphate par H_2SO_4 = 30 mn, T = 50 °C)

Température d'attaque sulfurique = 50 °C				
Temps de séjour (jours)	4	6	10	13
L'absorbance	0.227	0.171	0.19	0.223
C .10 ⁻⁴ (mol.L ⁻¹)	1.261	0.950	1.056	1.239
P ₂ O ₅ (%)	26.862	20.235	22.483	26.388

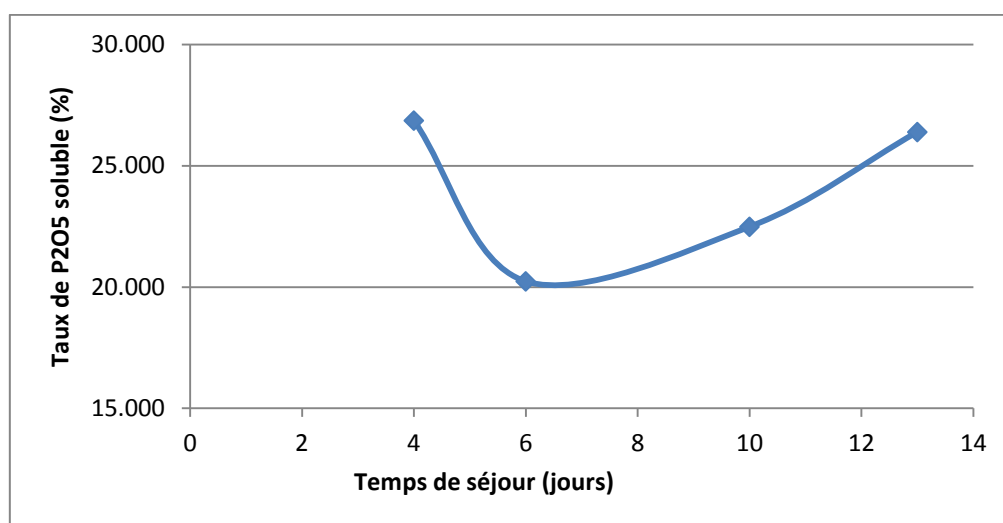


Fig.37 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps de séjour (SSP Kef Senoun : T = 50 °C, temps d'agitation = 30 min).

Interprétation du résultat

- Nous constatons que l'échantillon **broyé** et agité pendant 30 minutes à une température de 50 °C donne des teneurs de P₂O₅ **variables** en fonction du temps de mûrissement de l'engrais, pendant les 6 premiers jours le taux décroît, puis accroît durant tout le reste du séjour.

C- Comparaison des Taux maximaux de P₂O₅ pour les différents paramètres (temps d'agitations et températures d'attaque) pour un produit débourbé non broyé.

Temps d'agitation (min)	10	20	30
Taux de P ₂ O ₅ pour agitation à 40°C (%)	43.547	31.713	41.298
Taux de P ₂ O ₅ pour agitation à 50°C (%)	32.778	31.595	30.412
Taux de P ₂ O ₅ pour agitation à 60°C (%)	32.778	26.507	29.82

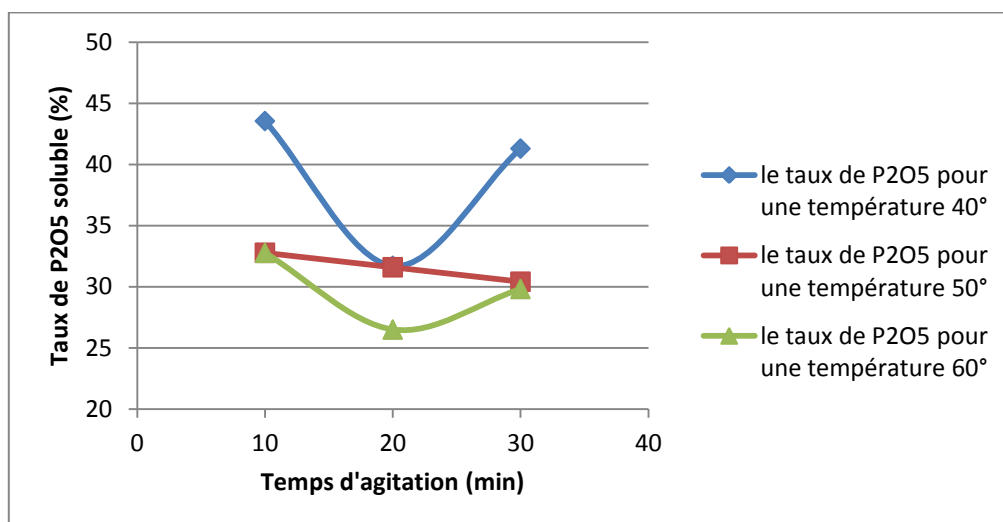


Fig.38 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps d'agitation pour les différentes températures d'attaques (SSP Kef Senoun, Produit débourbé : non broyé)

Interprétation des résultats

Les essais réalisés sur un minerai de phosphate débourbé non broyé montrent que les teneurs les plus élevées de P₂O₅ sont obtenues à la température de 40°C après un temps d'agitation de 10 minutes. Le taux maximal dépasse 43 %.

D- Comparaison des Taux maximaux de P₂O₅ pour les différents paramètres (temps d'agitations et températures d'attaque) pour un produit débourbé finement broyé.

Temps d'agitation (en minutes)	10	20	30
Taux de P ₂ O ₅ pour agitation a 40°C (en %)	26.625	28.637	32.778
Taux de P ₂ O ₅ pour agitation a 50°C (en %)	31.832	32.305	26.862

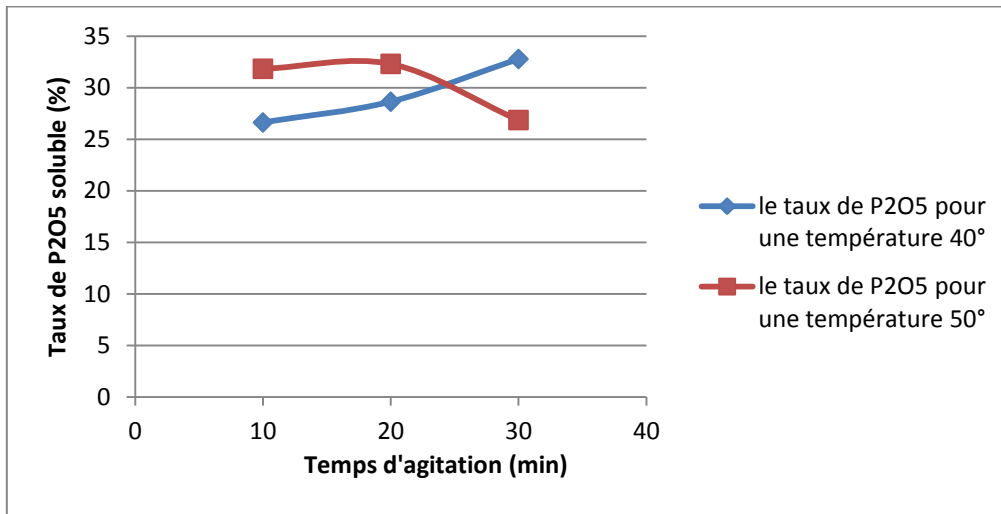


Fig.39 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps d'agitation pour les différentes températures d'attaques (SSP Kef Senoun, Produit débourbé : broyé)

Interprétation des résultats

Les essais réalisés sur un minerai de phosphate débourbé finement broyé montrent que les teneurs de P₂O₅ obtenues sont légèrement stables entre 26% et 31% pour une température d'attaque de 50°C et entre 26% et 32% pour une température d'attaque de 40°C en fonction du séjour de repos. Le taux maximal dépasse 32 % pour un temps d'agitation de 30 minutes et une température d'attaque de 40°C.

E- Comparaison des teneurs maximales de P₂O₅ pour un produit débourbé non broyé (temps d'agitation de 10 minutes à 40°C) et un autre produit finement broyé pour un temps d'agitation de 30 minutes à 40°C

Produit non broyé : 10 minutes d'agitation à 40°C					
Temps de séjour (jours)	4	6	8	12	14
Le taux de P ₂ O ₅ (%)	21.418	22.365	24.377	32.187	43.547

Finement Broyé : 30 minutes d'agitation à 40°C				
Temps de séjour (jours)	4	6	10	13
Le taux de P ₂ O ₅ (%)	27.335	25.205	25.678	32.778

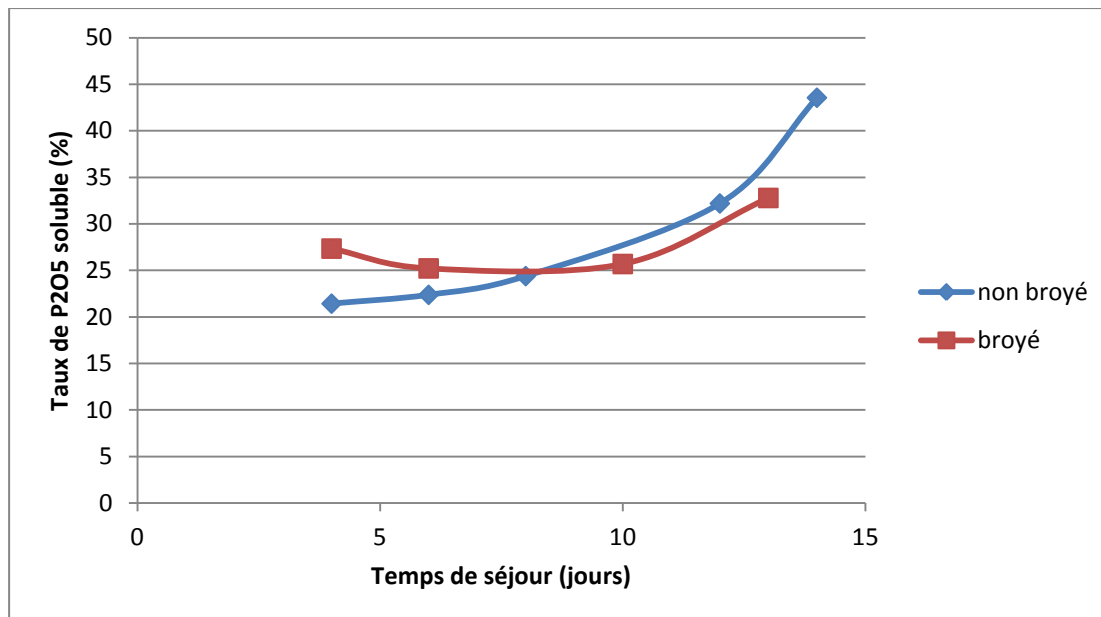


Fig.40 : Variation du taux de P₂O₅ en fonction du temps d'agitation pour les différentes Granulométries

Interprétation des résultats

Le taux de P₂O₅ maximal obtenu pour un produit **non broyé** et agité pendant 10 minutes à 40°C est de 43,547% tandis qu'il varie de 25% à 32% pour un produit **broyé** et agité pendant 30 minutes à 40°C en fonction du temps de séjour.

On note que le meilleur résultat est obtenu par le produit débourbé non broyé agité pendant 10 minutes à 40°C.

Conclusion

Les expériences que nous avons effectuées sur le produit débourbé de Djebel Onk, gisement de " *Kef Senoun* ", à deux granulométries différentes montrent que le phosphate non broyé est plus approprié à la fabrication de l'engrais simple superphosphate (SSP) que le produit finement broyé car il donne un P_2O_5 de l'ordre de 43.547%.

La température d'attaque sulfurique de 40°C donne des taux de P_2O_5 plus élevés que celles du 50°C et 60°C pour les deux granulométries.

Le temps d'agitation influe sur la réaction de production de superphosphate, cela dépend de la composition et de la granulométrie du phosphate. Un taux optimal de P_2O_5 est obtenu pour une agitation de 10 minutes.

Bibliographie

- [1] D. Vaccari, Phosphore : une crise imminente, Pour la Science (janvier 2010), p36-41
- [2] M. BEHLOULI, Calcination du produit marchand de complexe de djebel- Onk; mémoire de projet de fin d'études pour l'obtention du diplôme de master en génie minier; Ecole Nationale Polytechnique; Thèse 2014.
- [3] K. BOUGHZALA, N. FATTAH, K. BOUZOUITA et H. BEN HASSINE, Etude minéralogique et chimique du phosphate naturel d'Oum El Khecheb (Gafsa, Tunisie), Laboratoire LARHYSS N°06, (novembre 2015) pp.11-29
- [4] H. BOULAHBEL: étude de la réaction de formation du superphosphate simple fabriqué à partir des phosphates de djebel Onk, mémoire de magistère, université badji mokhtar-Annaba (2009 – 2010).
- [5] Wikipédia: Ebauche agriculture, Portail:Chimie/Articles liés.
- [6] H. BOULAHBEL, Etude de la réaction de formation du superphosphate simple fabriqué à partir des phosphates de djebel Onk, mémoire de magistère, université badji mokhtar-Annaba, (2009 – 2010).

Annexe

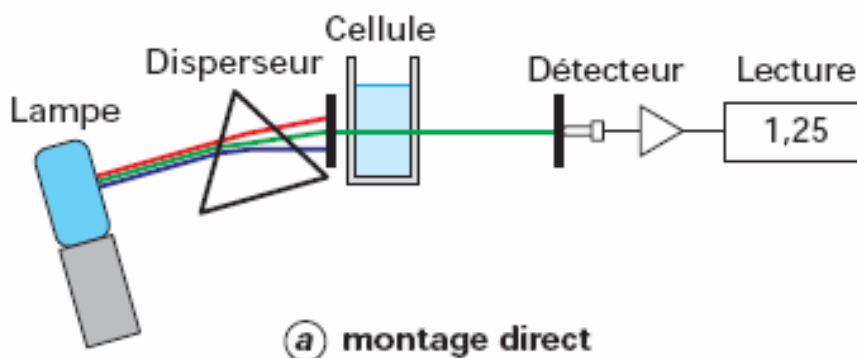
1. Principe de fonctionnement du spectrophotomètre

Le spectrophotomètre est un appareil qui permet de mesurer l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée ou sur une région donnée du spectre. Selon la loi de B er-Lambert, l'absorbance d'une solution est proportionnelle   la concentration des substances en solution,   condition de se placer   la longueur d'onde   laquelle la substance absorbe les rayons lumineux. C'est pourquoi la longueur d'onde est r gl e en fonction de la substance dont on veut conna tre la concentration.

- D'apr s la loi de Beer-Lambert, l'absorbance A_λ est fonction de la concentration C de la solution, du coefficient d'absorption molaire et de la longueur de solution   traverser L^1 .

$$A_\lambda = -\log_{10} \frac{I}{I_0} = \varepsilon_\lambda \cdot \ell \cdot C$$

O  I/I_0 est la transmittance de la solution.



- On remarque que A_λ et ε_λ sont fonction de la longueur d'onde de travail, elle est choisie en fonction des spectres d'absorbance.

2. Compos s du spectrophotom tre

Le spectrophotom tre UV-visible comprend :

- Une source ou des sources de lumi re : lumi re blanche pour la mesure dans le spectre visible (lumi re polychromatique) et/ou lumi re UV.
 - La lampe UV est g n ralement de type deut rium (domaine de 195   380 nm, dur e de vie de la lampe de 1 000 h, par exemple).
 - La lampe visible est g n ralement de type halog ne (domaine de 320   1 000 nm, dur e de vie de 500 h, par exemple).
 - Il existe  galement des spectrophotom tres   lampe x non ; (domaine de 190   1 100 nm)
- un monochromateur form  d'un r seau diffractant la lumi re de la source. Il permet de s lectionner la longueur d'onde de la lumi re qui traversera la solution   doser ;

- Une fente de largeur fixe ou variable pour régler la bande passante ;
- Un porte-cuvette pouvant permettre le maintien à température souhaitée de la solution à analyser, cette température est maintenue par un circuit d'eau ou un effet. Ce maintien à température fixée est très utile dans les mesures de cinétique enzymatique, en effet, la vitesse de réaction dépend de la température ;

3. But de son utilisation

L'analyse de l'absorption des solutions à une longueur d'onde donnée permet le dosage de ces solutions selon la loi de Beer-Lambert (la concentration est proportionnelle au logarithme de l'absorption lumineuse). Il y a donc relation directe entre la quantité de lumière absorbée et la concentration en composé chimique de la solution. Le suivi dans le temps de l'absorption est une méthode de caractérisation de la vitesse de réactions chimiques (cinétique).

4. Les cuvettes de mesures

Les cuves utilisées pour la mesure des absorbances des solutions sont de forme parallélépipédique de section carrée de 10mm et de hauteur de 5cm, principalement en Quartz avec deux cotés opaques et les autres transparents pour permettre le passage de la lumière.

Il existe différentes cuvettes, généralement en plastique (spectre visible, UV proche) ou en quartz (UV, mais cuvettes très chères)



5. Calcul du pourcentage de P₂O₅ soluble dans les engrais (SSP) obtenu

L'absorbance A_λ est la quantité de lumière absorbé par une solution d'un composé chimique.

On fabrique la solution mère en pesant 0.381 g du dihydrogénophosphate de potassium (KH₂PO₄) et on la dissout dans 1L de l'eau distillée

- La concentration massique de la solution mère C_m :

$$C_m = \frac{m}{V}$$

Où:

m: la masse de dihydrogénophosphate de potassium (KH₂PO₄) dissoute (g)

V: le volume de la solution (L)

$$C_m = \frac{0.381}{1} = 0.381 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$$

- La concentration molaire de la solution mère C_M :

$$C_M = \frac{C_m}{M_{(KH_2PO_4)}}$$

Où:

C_m : La concentration massique de la solution

M : la masse molaire de (KH_2PO_4)

Sachant que la masse molaire des différents éléments est de:

P : 31.0 O : 16.0 K : 39.1 H : 1.0

$$C_M = \frac{0.381}{136.1} = 0.0028 \text{ mol. L}^{-1}$$

- La concentration molaire en phosphore de la solution mère $C_{M(P)}$:

$$C_{M(P)} = \frac{M_{(P)} C_M}{M_{(KH_2PO_4)}}$$

Ou:

$M_{(P)}$: La masse molaire du phosphore (g. mol^{-1})

$M_{(KH_2PO_4)}$: La masse molaire de KH_2PO_4 (g. mol^{-1})

C_M : La concentration molaire de la solution (mol. L^{-1})

$$C_{M(P)} = \frac{31 \times 0.0028}{136.0} = 6.38 \cdot 10^{-4}$$

On fabrique la solution d'engrais (S) comme suit:

- On pèse avec précision sur une balance électronique une masse d'engrais $m = 2,5$ g.
On transvase sans perte dans une fiole jaugée de volume $V_1 = 1000$ ml.
On complète au trait de jauge à l'eau distillée, nous obtenons une solution de concentration $C_1 = 2.5 \text{ g. L}^{-1}$.
La solution est diluée 10 fois afin d'obtenir $V_2 = 100$ ml de solution S de concentration massique en engrais C_2 .

$$C_2 = \frac{C_1 V_1}{V_2}$$

$$C_2 = 0.25 \text{ g. L}^{-1}$$

On prépare des solutions filles afin de réaliser une courbe d'étalonnage comme suit:

Les 5 solutions filles sont préparées à partir de la solution mère déjà préparé de concentration initiale en phosphore $C_M=6.38 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ et de volumes V_M en ajoutant des volumes différents de l'eau distillée et un volume égale du réactif vanadomolybdique.

Les solutions obtenues sont de volume $V_T=7.5\text{ml}$ (on ne considère pas le volume du réactif par ce qu'il n'a pas d'influence sur la dilution) et de concentrations en phosphore C_i à calculer comme suit:

$$C_i = \frac{C_M V_M}{V_T} \quad (\text{mol.L}^{-1})$$

6. Après réglage du spectrophotomètre à 470 nm, on fait passer les solutions filles pour lire l'absorbance correspondante à leurs concentrations.
7. On trace la courbe d'étalonnage.
8. On lit l'absorbance de l'échantillon d'engrais préparé dans un tube à essai en mélangeant 1 ml de la solution d'engrais (S), 6.5 ml de l'eau distillée et 2.5 ml du réactif vanadomolybdique, ensuite on tire sa concentration en phosphore en projetant sur la courbe d'étalonnage.

Calcul de la concentration molaire en phosphore de la solution d'engrais (S)

L'échantillon de la solution d'engrais préparé dans un tube à essai est de concentration C_2 lu sur la courbe d'étalonnage et de volume $V_2 = 7.5 \text{ ml}$ est obtenu à partir de la dilution de la solution initiale d'engrais (S) qui est de volume $V_1 = 1\text{L}$ et de concentration molaire en phosphore C_1 à calculer comme suit :

$$C_1 = \frac{C_2 V_2}{V_1} \quad (\text{mol.L}^{-1})$$

Calcul de la quantité de matière de phosphore dans 100Kg d'engrais

La dissolution de la masse $m=2.5\text{g}$ d'engrais dans un litre de l'eau on obtient une solution de concentration molaire en phosphore $C_1 \text{ (mol.L}^{-1}\text{)}$

Donc 2.5g d'engrais contient $n_1 = C_1 \text{ mol}$ de phosphore.

On obtient alors la quantité de matière de phosphore dan 100 kg d'engrais $n_2(\text{P})$ tel que:

$$n_2 = \frac{C_1 \cdot 10^5}{2.5} \quad (\text{mol})$$

Calcul de la masse de P₂O₅ correspondante à cette quantité de matière de phosphore

En considérant les coefficients stœchiométriques : la quantité de matière de phosphore (P) n_2 devient d'une quantité de matière n de (P₂O₅) qui est égale à la moitié de n_2 .

$$n = \frac{1}{2} n_2$$

La masse m de P_2O_5 est calculée comme suit:

$$m = n \cdot M(P_2O_5)$$

Alors le pourcentage t de P_2O_5 dans cet engrais est:

$$t = \frac{m}{100}$$