

**Les caractéristiques physiques des  
particules d'engrais: mesure et influence**

Programme d'appui scientifique à la normalisation et aux réglementations techniques

**Rapport final**

**N° NM/42/43**

Politique scientifique fédérale

**Yves SCHENKEL & Olivier MISERQUE**

CENTRE DE RECHERCHES AGRONOMIQUES DE GEMBLOUX

DEPARTEMENT GENIE RURAL

Chaussée de Namur 146

B-5030 GEMBLOUX

Tel: +32 81 62.71.40

Fax: +32 81 61.58.47

## Table des matières

CHAPITRE I - INTRODUCTION .....	10
1. <i>Les mélanges d'engrais</i> .....	10
2. <i>La problématique des mélanges d'engrais</i> .....	12
CHAPITRE II – MÉTHODOLOGIE.....	18
1. <i>Principe général</i> .....	18
1.1. La fabrication du mélange .....	18
1.2. Tests de ségrégation lors de l'écoulement .....	19
1.3. Tests de ségrégation de laboratoire .....	19
1.4. L'épandage .....	23
2. <i>Protocole d'échantillonnage</i> .....	24
2.1. Les échantillons de matières premières .....	24
2.2. Les échantillons de mélange .....	24
3. <i>Synthèse du protocole de l'expérimentation</i> .....	26
4. <i>Définition des mélanges</i> .....	27
CHAPITRE III – RÉSULTATS .....	29
1. <i>Les caractéristiques physiques des particules d'engrais</i> .....	29
1.1. L'analyse granulométrique.....	29
1.2. L'angle de talus.....	31
1.3. La masse volumique sans tassement.....	32
1.4. La masse volumique après tassement .....	33
1.5. La fluidité .....	33
1.6. La forme.....	37
1.7. Caractéristiques physiques des principales matières .....	43
2. <i>Analyse de la ségrégation lors des écoulements</i> .....	45
2.1. Ecoulement sur la plaque .....	45
2.2. Le remplissage de la remorque .....	46
2.3. La vidange de la remorque .....	47
3. <i>Tests de ségrégation de laboratoire</i> .....	49
3.1. Lors de l'écoulement dans la cellule de Hele Shaw .....	49
3.2. lors de vibration : la percolation .....	50
4. <i>Tests d'épandage</i> .....	53
4.1. Répartition pondérale .....	53
4.2. Répartition chimique .....	54
DIFFUSION ET VALORISATION .....	61
BILAN ET PERSPECTIVES.....	62
BIBLIOGRAPHIE .....	63

## Résumé

Parmi les engrais disponibles sur le marché, les bulk blend consistent en un mélange physique de divers engrais de base. Cette procédure permet d'obtenir un fertilisant composé et économique. Cependant, il présente régulièrement des problèmes de ségrégation, les composants se séparant plus ou moins selon les différences existant entre eux.

Cette ségrégation se marque lors des écoulements au cours du stockage et des transports ainsi que lors de l'épandage sur le champ. La ségrégation lors des écoulements va conduire à la commercialisation de fertilisants de formulation variable et va donc entraîner des problèmes de respect des teneurs indiquées par le fabricant. La seconde ségrégation lors de l'épandage va provoquer une hétérogénéité de l'engrais sur les cultures, ce qui va entraîner une baisse de rendement et un surcoût. En définitive, ce processus se traduit par une nuisance pour l'environnement.

De nombreuses recommandations de qualité des mélanges existent mais elles restent vagues et imprécises. En outre les propriétés sur lesquelles elles se basent ne font pas toujours l'objet de méthode de mesure standardisée et compliquent donc toute comparaison.

L'objectif de ce travail est double, d'une part caractériser au mieux les engrais et d'autre part quantifier les écarts maximum tolérés entre les propriétés des engrais afin de ne pas avoir ce phénomène de ségrégation. Cela implique donc le développement de méthode de mesure des propriétés physiques des engrais et l'analyse du comportement de mélanges suite à divers sollicitations.

Les principales mesures concernent la dimension des particules, leur masse et leur forme. C'est notamment pour cette dernière propriétés que nous avons utilisés les techniques d'analyses d'image. L'utilisation des techniques d'analyse d'image est applicable aux granules d'engrais et permet de quantifier des paramètres de forme des particules. Des corrélations ont été trouvées entre les paramètres de forme calculés sur base de l'analyse d'image et la valeur de l'angle de talus et de l'incrément de masse volumique suite au tassement. La méthode de mesure de la fluidité a été normalisée et une annexe a été ajoutée à la norme EN1235 (test de tamisage des engrais). Cette annexe définit la procédure d'interprétation des analyses granulométriques. Des tests ont été mené sur la mesure de la dureté des particules, sur la résistance à l'impact, sur la génération de poussière (friabilité) mais les résultats variables obtenus n'ont pas permis de définir une méthode de mesure qui puisse faire l'objet d'une norme.

Des corrélations ont été trouvées entre les propriétés physiques dont notamment la fluidité avec la masse volumique et la taille des particules. Un lien existe entre l'angle de talus et l'étalement granulométrique. Des tests ont également été mené avec un engrais donné dont on a isolé certaines fractions granulométriques. Ces essais permettent de mieux tester l'influence d'un paramètre sur un autre. Ainsi la fluidité (l/min) et l'angle de talus sont liés au diamètre des particules. Une relation permet de calculer la fluidité sur base de la valeur de la masse volumique, du diamètre des particules et d'un paramètre de forme (angle de talus ou émoussé).

Le principe de l'expérimentation consiste à réaliser une série de mélanges à deux composants et d'en suivre le comportement dont notamment la tendance à la ségrégation. Pour chaque mélange, deux engrais similaires excepté pour un paramètre particulier (granulométrie, masse, forme) sont sélectionnés et mélangés. Ensuite ces produits subissent un ensemble de tests simulant le transport, les écoulements et enfin l'épandage. Pour les tests d'écoulements, des tests de laboratoire simple ont été testé afin de simuler les situations réelles.

Les essais de ségrégation lors d'écoulement consistent en la réalisation d'un tas sur une plaque, au remplissage et à la vidange d'une remorque.

Pour le tas sur la plaque, des échantillons sont prélevés à différents endroits (centre, bord). On observe essentiellement une accumulation des fines particules au centre du tas notamment pour les mélanges ayant une teneur en fines (particules de moins 1 mm) supérieure à 1%.

Le test de remplissage de la remorque conduit à des résultats similaires mais les écarts granulométriques sont plus marqués. On observe ainsi que les grosses particules se déplacent plus loin que les fines et se concentrent sur le bord de la remorque.

Enfin, la vidange du contenu de la remorque par la trappe accentue encore les différences granulométriques entre les échantillons du début et de fin de vidange. Des écarts de plus de 0,5 mm de diamètre médian se sont marqués. Ces engrais nécessitent un réglage différent pour l'épandage et de plus la composition chimique des premiers échantillons est différente de celle des derniers.

L'influence des propriétés physiques sur le risque de ségrégation est importante. Il apparaît clairement qu'il faut limiter les écarts de dimension afin de réduire ce phénomène lors des écoulements. Ainsi les engrais devrait présenter un étalement granulométrique limité à 1 mm. Au delà de cette étalement, l'engrais sera soumis à un tri de ces composants lors des flux. Les plus fines particules s'accumulent sous le flux et les plus grosses roulent plus loin.

De même la teneur en fines, c'est à dire des particules de moins de 1 mm doit être nulle, ces fines particules sont en effet très sensibles à la percolation et s'accumulent donc rapidement en bas des tas suite aux vibrations.

Pour l'épandage, la dimension apparaît peu importante mais par contre la forme et la masse des engrais ne peuvent différer de trop. Ainsi un écart d'angle de talus de 4 à 5° et un écart de masse volumique de 200 kg/m<sup>3</sup> paraissent être les limites au delà desquelles la ségrégation lors de l'épandage va se marquer. En revanche, ces deux propriétés physiques paraissent n'avoir aucune influence sur la ségrégation lors des écoulements.

L'utilisation d'une cellule de Hele Shaw permet de simuler rapidement en laboratoire le processus de ségrégation lors des écoulements. L'ouverture de la paroi verticale contre laquelle s'appuie le tas permet de récupérer deux échantillons dont les granulométries peuvent être comparées. Les résultats montrent une bonne représentation du phénomène de ségrégation tel qu'il se déroule durant le remplissage ou la vidange d'une remorque.

Durant le projet, le Département s'est impliqué dans le groupe de travail sur la mesure des propriétés physiques des engrais (CEN/TC260/WG2). Parmi les sujets abordés, la méthode de mesure de la fluidité est actuellement normalisée (EN 13299 : 2000) ainsi que l'annexe ZA à la norme sur la méthode de mesure de la granulométrie qui concerne l'interprétation de ces mesures (EN 1235 – 1995 /prA1 : 2002 Annex ZA informative). Deux rapports techniques ont également été établis, l'un concernant une étude sur l'homogénéité (CR 13960 : 2000-08 study on homogeneity) et l'autre une étude sur la détermination de la teneur en poussière (CR 14061 : 2000-12 Determination of dust content). Des contacts réguliers ont ainsi été établis entre les participants au groupe de travail de normalisation, ces personnes représentant soit des centres de recherches, soit des producteurs d'engrais. Une réunion du comité de travail (TC260) a eu lieu à Gembloux et les travaux sur les problèmes de ségrégation ont été présentés aux participants.

Le laboratoire d'analyse des propriétés physiques des particules d'engrais s'est développé et est en cours d'accréditation ISO 17025 afin de fournir dans un avenir proche des mesures accréditées. Les mesures proposées se font suivant les normes définies au comité CEN.

Enfin, bien qu'elle ne soit pas encore aboutie, la mesure de la forme par les techniques d'analyse d'images semble prometteuse. Cela a permis une collaboration étroite avec le laboratoire MICA de l'Université de Liège, ainsi que la société Occhio, tous deux spécialisés dans les techniques d'analyse d'images.

Mots clés : mélange d'engrais – ségrégation – granulométrie - forme

## Samenvatting

Onder alle beschikbare meststoffen, zijn de bulk blends een fysische mix van verschillende basisgrondstoffen. Deze productie methode leidt tot een goedkope en samengestelde meststof. Toch, zijn er dikwijls segregatie problemen, scheiden de bestanddelen van elkaar min of meer volgens de bestaande verschillen tussen elkaar.

Deze segregatie gebeurt gedurende vloeien tijdens de stock en transport, en natuurlijk gedurende het verstrooien op het veld. De segregatie gedurende vloeien gaat naar een de levering van een meststof met een handelsformulering die niet correct is en dus ook naar problemen met het respect van de gegarandeerde chemische samenstelling. De tweede segregatie gedurende het verstrooien zal een heterogeniteit van het meststof op de teelt veroorzaken. Dit zal een vermindering van de opbrengst en een verhoging van de kosten ten gevolge hebben. Eindelijk, is het niet goed voor het milieu.

Er bestaan veel kwaliteit recommandaties voor het maken van bulk blend maar ze blijven onbepaalde en niet precies. Bovendien, de karakteristieken waarop ze gebaseerd zijn, hebben niet altijd een genormaliseerd methode voor de metingen en maken enige vergelijking moeilijk.

De bedoeling van dit werk is dubbel, ten eerste een betere kennis van de fysische van de meststoffen en ten tweede de vaststelling van de maximale verschillen tussen deze fysische kenmerken om de segregatie te beperken. Dat betekent dus de ontwikkeling van systemen voor de metingen van de fysische kenmerken van de meststoffen en de ontleding van de segregatie van de mengen onder verschillende sollicitaties.

De meeste metingen betreffen de korrelgrootte, de volumemassa (densiteit) en de vorm van de partikels van de meststoffen. Voor dit laatste kenmerk hebben wij "image analysis" systemen gebruikt. Het gebruik van dit systeem is mogelijk voor de meststoffen en laat toe de meting van het vorm. Correlaties worden gevonden tussen de parameter van vorm gegeven door image analysis en de waarde van het hellingshoek en ook met de verhoging van de densiteit (voor en na ophoping). De meting methode van de vloeibaarheid word genormaliseerd en een annex aan het norm EN 1235 word bijgevoegd. Dit annex verklaart precies de interpretatie van de korrelgroottemetingen. Testen worden gemaakt om de hardheid van de partikels, het impact weerstand en het oorsprong van stoffen (friabiliteit) te meten, maar de resultaten werden te veel veranderlijk om een genormaliseerd methode te mogen voorstellen.

Correlaties worden gevonden tussen de fysische kenmerken. Dit is het geval voor de vloeibaarheid en de volumemassa (densiteit) en de korrelgrootte van de meststoffen. Een verbind bestaat tussen de hellingshoek en de spreiding van korrelgroottecurve. De testen worden gemaakt met verschillende korrelgrootte klassen van bepaalde meststoffen. Deze testen laten toe de vaststelling van de invloed of een kenmerk op een andere. We hebben gezien dat de vloeibaarheid (l/min) en de hellingshoek aan de diameter van de korrelen gebonden zijn. Een relatie word gevonden om de vloeibaarheid te calculeren met de kennis van de volumemassa, de diameter en de vorm van de korrelen.

Het principe van de proeven bestaat erin dat een paar mengsels met twee basis grondstoffen die gelijkbare zijn behalve voor een kenmerk (korrelgrootte, densiteit, vorm) gemaakt worden. Daarna, zijn deze mengsels aan verschillende testen onderworpen. Deze testen zijn simulaties van transport, vloeien en strooien op het veld. Voor de testen betreffende vloeien waren eenvoudige laboratorium testen ontwikkeld.

De testen van segregatie gedurende het vloeien zijn de realisatie van een hoop op een horizontaal plaat, het vullen en het leegmaken van een kipper.

Voor de hoop op het plaat, monsters zijn aan verschillende plaatsen genomen (center, boord). Er word meestal aanmerkt dat de kleinste deeltjes in het center van de hoop blijven. Het is het geval voor de bulk blend die een gehalte aan fijne deeltjes hogere dan 1% hebben.

De testen van het vullen van de kipper leidt tot gelijkbare resultaten maar de verschillen van de korrelgrootte belangrijker zijn. De grootste partikels rollen verder dan de kleiner en zich concentreren langs de borden van de kipper.

Eindelijk, het lossen van de kipper door een valluik verhoogt nog de verschillen van de korrelgrootten tussen de eerste en de laatste monsters. Verschillen van mediaan diameter hogere dan 0,5 mm worden gemeten. Dat betekent dat voor het verstrooien op het veld, moeten de meststrooiers met een andere regeling werken voor de eerste laden dan voor de laatste. Bovendien zal de formulering ook verschillend zijn tussen de eerste en de laatste laden.

De invloed van de fysische kenmerken op de segregatie is zeer belangrijk. De verschillen tussen de korrelgrootte moeten absoluut beperkt worden om de segregatie gedurende de vloeien te reduceren. De spreiding van de korrelgroottecurve moet aan 1 mm beperkt worden. Boven deze waarde, zullen de bestanddelen gedurende het vloeien zich afscheiden. De kleinste deeltjes zullen onder het vloeien zich concentreren en de grootste zullen verder rollen.

De fijne gehalte, dat betekent de partikels kleiner dan 1 mm, moet nul zijn. Deze korrelen zijn inderdaad zeer gevoelig aan de percolatie en zich concentreren vlug in de laagste niveau van de hoop onder de vibraties.

Voor het verstrooien op het veld, spelen de densiteit en de vorm van de meststoffen een belangrijke rol. De verschillende moeten kleiner dan 4 of 5° en 200 kg/m<sup>3</sup> zijn, anders zal er segregatie zijn. Maar hebben deze kenmerken geen invloed voor de segregatie tijdens de vloeien.

Het gebruik van een Hele shaw cell laat toe een snelle simulatie in laboratorium van de segregatie gedurende de vloeien. De opening van de verticale wand waarop de meststoffen drukken maakt het mogelijk twee monsters te hebben. Daarna kunnen de korrelgrootte gemeten worden. De resultaten tonen dat dit systeem een goede beeld van de segregatie gedurende het vullen of het leegmaken van de kipper geeft.

Gedurende het project, heeft het Departement in de werking groep op het meten van de fysische karakteristieken van de meststoffen (CEN/TC260/WG2) gewerkt. Onder alle onderwerpen, de methode voor de meting van de vloeibaarheid is nu genormaliseerd (EN 13299 : 2000). Het is ook het geval voor de annex ZA aan de norm voor de meting van de korrelgrootte (EN 1235 – 1995 /prA1 : 2002 Annex ZA informative). Twee technische verslagen worden geschreven. De eerste betreft een analyse over de homogeniteit (CR 13960 : 2000-08 study on homogeneity) en de tweede over de determinatie van het stof gehalte (CR 14061 : 2000-12 Determination of dust content). Veel contacten tussen de deelnemers worden geboren. De deelnemers zijn mensen van onderzoek centrum of meststoffen producten. Een van de vergadering word in Gembloux georganiseerd en het werk over de bulk blend word voorstelt.

De laboratorium over de fysische kenmerken van de meststoffen word ontwikkeld en is nu klaar voor de accreditatie ISO 17025 om straks onder accreditatie te kunnen werken. Alle gebruikte methoden volgen precies de CEN normen.

Eindelijk, de meting van de vorm door het gebruik van de image analyse systeem is mogelijk. Een collaboratie met de laboratorium MICA van de Luiks Universiteit en de maatschappij Occhio, alle twee specialisten van image analyse word geboren

Sleutel worden : meststoffenmengsels – segregatie – korrelgrootte - vorm

## Abstract

Among available fertilizers, the bulk blends consist in a physical mix of different raw fertilizers. This production method allows to obtain a quite cheap compound fertilizers. However, we regularly observe segregation of the components in function of their differences.

This segregation is marked during the flows during storage and transport and also during spreading on the field. The segregation during the flows will lead to the fertilizer marketing of variable formulation and thus will involve problems of respect of the contents indicated by the manufacturer. The second segregation during spreading will cause a heterogeneity of fertilizers on the crops, which will involve a reducing of the output and a higher cost. Ultimately, this process results in a harmful effect for the environment.

Many recommendations of quality for the bulk blend exist but they remain vague and vague. Moreover the properties on which they are based, don't always have a standardized method of measurement and thus complicate any comparison.

The goal of this work is double, at once a better knowledge of the physical properties of the fertilizers and on the other hand a quantification of the maximum difference between this properties in order to avoid segregation. It means the development of measurement methods of physical properties of the fertilizers and the analysis of the behaviour of the blends following various solicitations.

The main measurement concern the dimension, the density and the shape of the particles. It is in particular for the last property that we used the techniques of image analysis. The use of the techniques of image analysis is applicable to the fertilizer particles and makes it possible to quantify parameters of shape. Correlations were found between the shape parameters calculated on the basis of image analysis and the value of the angle of repose and the increment of density following compressing. The method of measurement of flow rate was standardized and an appendix was added to standard EN1235 (sieving test of fertilizers). This appendix defines the procedure of interpretation of the data issued from the sieving test. Tests were carried out to the measure of the hardness of the particles, on the shock resistance, the generation of dust (friability) but the variable results obtained did not make it possible to define a method of measurement which can be the subject of a standard.

Correlations were found between the physical properties of which in particular flow rate with the density and the size of the particles. A link exists between the angle of repose and granulometric spread. Tests were also carried out with different dimension group of a set of current fertilizer. These tests make it possible to better test the influence of a parameter on another. Thus flow rate (l/min) and the angle of repose are related to the diameter of the particles. A relation makes it possible to calculate flow rate on the basis of value of the density, the diameter of the particles and a shape parameter (angle of repose or roundness).

The principle of the experimentation is to realize a set of bulk blend of two components and to follow their behaviour and especially the tendency to segregate. For each mix, two fertilizers quite similar, excepted for one particular parameter are selected. Then, with these products, we are able to simulate the different situations : transport, flowing and finally spreading. For the tests of flows, simple laboratory tests were carry out in order to simulate the real situations.

The tests of segregation during flow consist of the realization of a heap on a plate, of the filling and the emptying of a container.

For the heap on the plate, samples are taken at various places (centre, border). One observes primarily an accumulation of the fine particles in the centre of the heap in particular for the bulk blend having a content of fines (particles smaller than 1 mm) higher than 1%.



The test of filling the container lead to similar results but the granulometric variations are more important. One observes thus that the large particles move further than fines and concentrate at the border of the container.

Lastly, the emptying of the contents of the container by the trap door still accentuates the granulometric differences between the samples of the beginning and the ending of emptying. Variations of more than 0,5 mm in median diameter were marked. These fertilizers require a different adjustment for spreading and moreover the chemical composition varies between the different .

Physical properties have a great influence on the segregation tendency. It appears that the difference of dimension between the particles must be limited in order to reduce this phenomena during the flow. The granulometric spread of the fertilizer must be limited to a value of 1 mm. Above this value, fertilizer will be subjected to a demixing of the components during flowing. The finest particles accumulate under flow and largest roll further.

In the same way the content of fines, i.e. of the particles of less than 1 mm must be null, these fine particles are indeed very sensitive to the percolation and thus accumulate quickly in bottom of the heaps under vibrations.

For spreading, difference of dimension of the particles has few important but the shape and the mass of particles cannot differ too much. Thus a variation of angle of repose from 4 to 5° and a variation of density of 200 kg/m<sup>3</sup> appear to be the limits above which the segregation during spreading will be marked. On the other hand, these two physical properties appear not to have any influence on the segregation during the flows.

The use of a cell of Hele Shaw makes it possible to quickly simulate in laboratory the process of segregation during the flows. The opening of the vertical wall against which the heap rests makes it possible to recover two samples whose granulometry can be compared. The results show a good representation of the phenomenon of segregation such as it proceeds during the filling or the emptying of a container.

During the project, the Department implied itself in the working group for the measurement of the physical properties of fertilizers (CEN/TC260/WG2). Among the subjects, the method of measurement of flow rate is currently standardized (INTO 13299: 2000) as well as appendix ZA to the standard on the method of measurement of the granulometry which relates to the interpretation of these measurements (EN 1235 - 1995 / prA1: 2002 informative Annex ZA). Two reports were also drawn up, one concerning a study on the homogeneity (CR 13960: 2000-08 study on homogeneity) and one on the determination of the dust content (CR 14061: 2000-12 Determination of dust content). Regular contacts were thus established between the participants in the working group of standardization. These people representing either of the research centers, or of the fertilizer producers. A meeting of the working group (TC260) took place in Gembloux and the work about the problems of segregation was presented to the participants.

The analysis laboratory of the physical properties of the particles of fertilizer developed and is in the course of accreditation ISO 17025 in order to provide in the near future accredited measurements. The measures suggested are done in accordance with the standards defined in committee CEN.

Lastly, although it is not come to anything yet, the measurement of the shape by the techniques of image analysis seems promising. That allowed a close cooperation with the laboratory MICA of the University of Liege, as well as the company Occhio, both specialized in the techniques of image analysis.

Key-words : bulk blend – segregation – granulometry - shape

## CHAPITRE I - INTRODUCTION

### 1. LES MÉLANGES D'ENGRAIS

Comme leur nom l'indique, les mélanges d'engrais, communément appelés bulk blend, sont simplement le résultat du mélange physique d'un certain nombre d'engrais entre eux.

Ce mode de fabrication est connu depuis plus de 40 ans. Au départ de quelques matières premières contenant des substances nutritives différentes, il est facilement possible d'obtenir un fertilisant répondant à l'ensemble des besoins de la plante. Selon les matières premières utilisées, on peut distinguer différents types de mélanges :

- les mélanges pulvérulents : obtenus à partir de composants sous forme de poudre (scories, ...),
- les mélanges d'engrais granulés : les matières premières se présentent sous forme d'engrais granulés solides. Ces derniers peuvent être des éléments simples (Nitrate d'ammoniaque, Chlorure de Potassium) ou composés (diamonophosphate, complexe) selon qu'ils contiennent un seul ou plusieurs des éléments chimiques suivants : Azote, Phosphore ou Potassium.

Nous nous attacherons dans le cadre de cette recherche uniquement à cette dernière catégorie.

Comparativement aux engrais composés complexes, obtenus par synthèse chimique ou physico-chimique, et, pour lesquels chaque particule a la même composition et contient l'ensemble des nutriments, les mélanges d'engrais présentent plusieurs avantages :

- ils sont relativement économiques étant donné la simplicité du processus de fabrication,
- ils offrent une grande souplesse étant donné qu'au départ de quelques matières premières, il est possible d'obtenir une gamme de formulations variées simplement en modifiant les proportions de chaque constituant. Ceci est avantageux lorsque l'utilisateur dispose d'un résultat d'analyse de sol, et qu'il souhaite se conformer le plus précisément possible aux recommandations qui lui sont faites.

Annuellement, au niveau mondial, la production de mélanges d'engrais est de l'ordre de 40 millions de tonnes, elle a pratiquement doublé depuis 10 ans. Leur part est loin d'être négligeable, notamment si l'on s'intéresse uniquement aux engrais composés. Des différences importantes existent entre continents, ainsi en Amérique, et notamment aux Etats Unis, le recours aux mélanges d'engrais est très élevé (Figure 1).

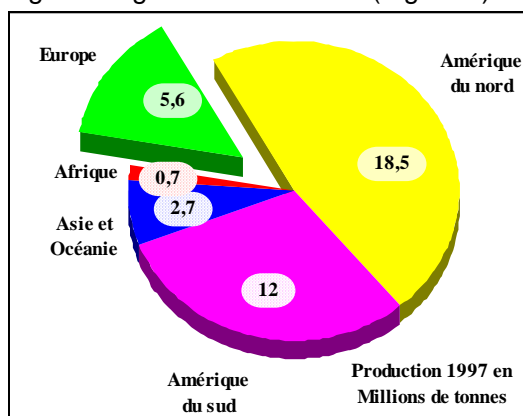


Figure 1. - Production mondiale de mélanges d'engrais en 1997 [AFCOME, 1997].

En Europe, la production de mélange d'engrais était de 5,6 millions de tonnes en 1997 alors qu'elle se situait à 4 millions de tonnes en 1987 [AFCOME, 1997]. Par contre, les variations entre pays sont extrêmement marquées ; ainsi en Irlande, la proportion des bulk blend atteint 80 % des engrais composés, tandis qu'au Danemark ou en Allemagne, leur part chute à 5 à 6 %. En Belgique, la part des mélanges d'engrais est en croissance régulière et atteignait, en 1987, environ 75.000 tonnes, soit 11% du marché des engrais composés. De grandes différences s'observent également entre les productions annuelles des fabricants ; ainsi on rencontre de petits distributeurs locaux dont le débit annuel atteint 500 tonnes, tandis que des centres de fabrication dépassent les valeurs de 50.000 tonnes par an.

Après sa fabrication, l'engrais doit parvenir à l'utilisateur final. Selon les cas, il va parcourir un cheminement plus ou moins complexe :

- il peut soit directement être vidé dans un épandeur,
- il peut soit être vidé dans une remorque dont le contenu sera vidé progressivement dans l'épandeur,
- il peut être vidé dans un véhicule qui va le transporter vers une zone de stockage intermédiaire où il sera à nouveau rechargé et où il suivra l'une des deux voies précédentes,
- il peut être dirigé vers une trémie et de là servir à alimenter une ensacheuse.

En Belgique, les mélanges sont essentiellement commercialisés en vrac. Tous les systèmes de transport sont utilisés : bateau, train, camion. Cependant pour les mélanges, en Belgique, le mode de transport primaire et pratiquement exclusif est le camion. Il sera suivi généralement d'un transport secondaire par l'agriculteur.

Enfin, les engrais sont distribués sur le sol grâce au distributeur d'engrais. La description de l'épandage des engrais fait appel à un vocabulaire particulier [Normes ISO 8157, 1984b ; ISO 5690/1, 1985a ; ISO 5690/2, 1984a ; ASAE S 281.3, 1990a ; ASAE S 327.1, 1990b].

La largeur totale d'épandage ou largeur d'épandage est définie comme la distance séparant les points extrêmes à gauche et à droite où les granulés ont atteint la surface de référence sur une perpendiculaire à l'axe de passage du tracteur. La symétrie de distribution gauche-droite est analysée par cumul des quantités épandues entre l'axe de passage et l'extrémité de chaque côté. La largeur de travail est l'écartement entre deux passages successifs (Figure 2).

En régions dites de « grandes cultures », la largeur de travail est un multiple de la largeur du semoir et non de la voie du tracteur comme le recommande la norme ISO 6720 [1987a]. Généralement, lors du semis, on ménage un parcours unique pour tous les traitements agrochimiques (pulvérisation et épandage d'engrais). Actuellement les largeurs de travail rencontrées varient de 12 à plus de 36 m, les plus courantes se situant entre 18 et 28 m.

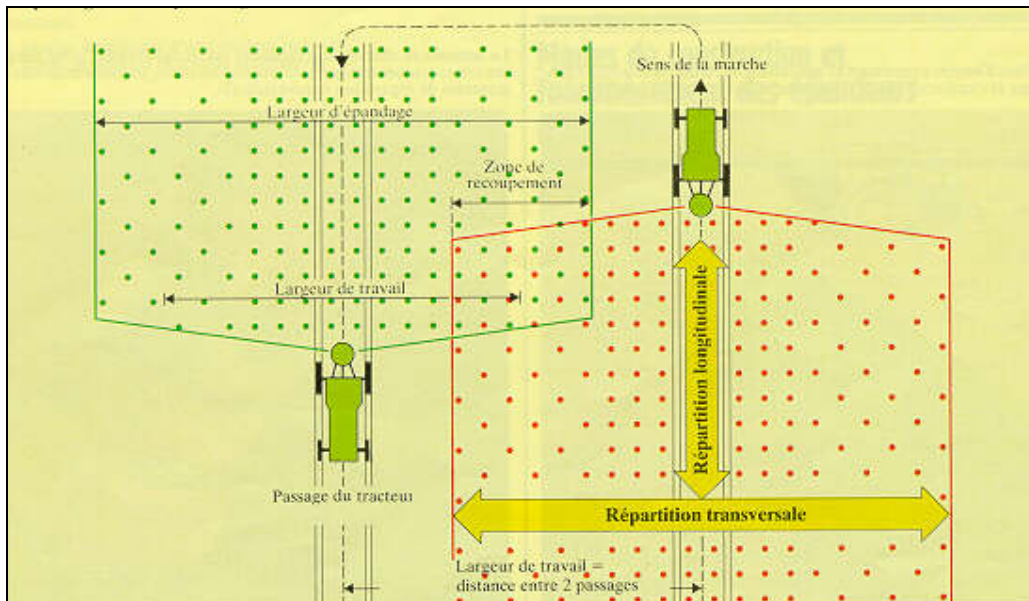


Figure 2. - Représentation de la terminologie utilisée pour l'épandage d'engrais.

Les essais de distributeurs d'engrais sont normalisés, ils se déroulent dans un hall. Des bacs récepteurs, de 50 × 50 cm, sont disposés sur toute la largeur du hall. Le distributeur effectue trois passages au-dessus des bacs, la quantité d'engrais recueillie est pesée et la courbe de recouvrement et les paramètres caractérisant l'épandage sont calculés.

Ces essais nécessitent un investissement énorme pour un hall d'épandage qui doit avoir une dimension suffisante pour les appareils actuels qui projettent l'engrais sur des largeurs de plus de 60 m.

Le Département Génie rural a développé une technique de contrôle de terrain, nécessitant un appareillage plus réduit. Son principe est de disposer tous les mètres un bac récepteur de 50 × 50 cm et ce perpendiculairement à l'axe d'avancement du tracteur. Le distributeur épand alors au-dessus des bacs. L'engrais recueilli dans chaque bac est ensuite pesé et les paramètres de l'épandage sont calculés.

Une soixantaine de tests comparatifs ont été réalisés afin de valider cette méthode de terrain par rapport à la méthode officielle en hall d'essais. Hormis pour certains cas, l'analyse de la variance n'a pas permis de détecter des différences significatives (avec  $\alpha = 0,05$ ) entre les quantités moyennes récoltées, les coefficients de variation et les largeurs optimales calculées.

## 2. LA PROBLÉMATIQUE DES MÉLANGES D'ENGRAIS

Bien qu'ils présentent de nombreux avantages (économie et souplesse d'utilisation), les mélanges d'engrais sont régulièrement mis en défaut lors des contrôles réalisés par les services d'inspection des matières premières (DG4).

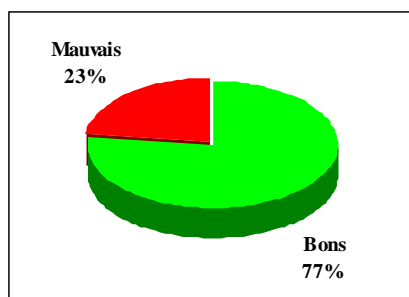


Figure 3. - Proportion de mélanges contrôlés par les services d'inspection des matières premières (moyenne de 96 à 98).

Ces contrôles se déroulent aussi bien chez le fabricant que chez le distributeur local après que l'engrais ait été transporté et manipulé. Une source d'erreur importante est liée au processus de fabrication lui-même suite à :

- un non respect des quantités de matières premières à utiliser,
- un temps de mélange trop court.

De même, il arrive que les matières premières ne présentent pas le dosage correct.

Enfin, un autre problème est lié à la ségrégation des engrais après le mélange. Ce phénomène va se dérouler lors des manipulations que sont les chargements, déchargements et finalement l'épandage.

La recherche d'une meilleure précision des applications d'intrants, l'utilisation de distributeurs centrifuges de grande largeur d'épandage et l'augmentation de la part de marché de ces produits expliquent la nécessité de mieux contrôler la qualité de ce type de fertilisants.

Plusieurs centres de recherches et fabricants d'engrais se sont penchés sur les critères de qualité des engrais et des mélanges. Toutefois il n'existe que peu de recommandations précises à respecter. La compatibilité chimique et la granulométrie sont les principales caractéristiques étudiées.

Bien souvent, les critères présentés sont supposés satisfaisants pour l'ensemble des traitements subis par le mélange (fabrication, stockage, transport, épandage, ...). Plus rarement, quelques auteurs formulent des critères pour certaines opérations précises, par exemple l'épandage avec distributeur centrifuge.

Un des aspects les plus étudiés concerne la dimension des particules. Pour vérifier la compatibilité physique des matières premières, le diamètre médian des particules est un des critères les plus simples et les plus utilisés. Cheval [1991] l'a développé sous le nom de SGN (Size Guide Number) qui est le diamètre médian multiplié par 100.

Sur base de ces essais, Hoffmeister [1982] conclut que si les courbes granulométriques des matières premières ne divergent pas de plus de 10% les unes des autres, le mélange ne sera pas sujet au phénomène de ségrégation. Par contre, si des écarts supérieurs à 20 % existent, le produit obtenu sera fortement sensible à la ségrégation des particules.

Lance [1996] indique qu'un bon mélange sera obtenu si les valeurs des diamètres médians ( $d_{50}$  ou SGN) et les indices d'uniformité ( $UI = d_5/d_{90}$ ) ne s'écartent pas de plus de 10% des valeurs moyennes des matières premières.

Dans son manuel de qualité des mélanges d'engrais solides, l'Association des mélangeurs européens recommande l'usage d'un indice de qualité des mélanges (MQI - Mixing Quality Index). Des valeurs élevées de cet indice impliquent que les coefficients de variation sont réduits et donc que les granulométries des composants sont fortement semblables. A l'inverse, une faible valeur indique que les matières premières ont des granulométries fort

différentes. Le MQI n'est pas recommandé pour les mélanges de deux composants, les coefficients de variations n'étant guère significatifs.

Toutefois, aucune valeur seuil à atteindre n'est précisée pour l'indice de qualité MQI. Il recommande que les diamètres médians soient compris dans une plage de mesure de 10% autour de la moyenne des diamètres médians. Le critère est le même pour l'étalement  $V_a$ .

L'AFCOME (Association Française des Coopératives et Entreprises de Distribution et de Mélange d'Engrais) définit ses attentes au niveau granulométrique en 5 points :

- le diamètre médian en masse ( $d_{50}$ ) doit être compris entre 3,00 et 3,50 mm,
- l'indice de dispersion granulométrique (GSI) doit se situer entre 10 et 12.
- la teneur en particules de moins de 1 mm de diamètre doit être nulle
- la teneur en particules de plus de 5 mm doit être nulle,
- 97 % en masse des particules doivent avoir leur dimension comprise entre 2,50 et 4,00 mm.

L'Association européenne des mélangeurs recommande dans son manuel de qualité des mélanges d'engrais solides de prendre le plus grand soin pour éviter la ségrégation des composants. Ceci signifie que la formation de cône doit être évitée à tous les stades. Ils proposent quelques techniques pouvant être utilisées :

- déflecteur « caisse à œufs » dans des trémies rectangulaires,
- déflecteur à cônes concentriques pour les trémies cylindriques.

Cependant, leurs recommandations restent vagues et ne présentent aucun critère concernant les composants du mélange.

Pour le stockage proprement dit, l'idéal, selon cette association, serait d'amener les matières premières dans leur silo de type couloir par une bande transporteuse avec une décharge équipée d'un dispositif anti-ségrégation.

Maxwell A.S. [1996] expose le problème de ségrégation des fines au sein d'un tas. En effet, il observe la concentration de fines particules dans la partie centrale du tas. Les particules les plus grosses se trouvent sur les bords du tas. Pour éviter ce problème, il recommande l'usage d'un répartiteur placé en fin de l'élévateur de façon à étendre l'engrais sur une plus grande surface.

Pour le transport, l'AFCOME [1995] indique que si il existe de grandes différences granulométriques entre les composants, les petites particules peuvent « glisser » entre les grosses. Cependant, l'association ne précise pas les écarts tolérés mais souligne que les expériences montrent que pour des particules de dimension comprises entre 1,2 à 3,4 mm, le phénomène n'apparaît pas pour des parcours de l'ordre de 100 km.

L'AFCOME relève par contre l'importance de la ségrégation lors d'un écoulement en cône. Au cours du déversement, le mouvement des plus petites particules est plus facilement ralenti par la friction sur la surface du tas que ne l'est celui des particules plus grosses. Ainsi, la plupart des petites particules s'accumulent au centre, tandis que les plus grosses se logent au bas et à l'extérieur.

La ségrégation causée par le « coning » se produit lorsque les mélanges ou les matières premières ont la possibilité de former des cônes au cours de l'entreposage au tas, du chargement de remorques et des opérations de déchargement. Pour éviter cela, l'AFCOME recommande donc l'utilisation de matières premières de dimension similaire, sans préciser, et de disposer un déflecteur ou un disperseur à chaque orifice d'écoulement.

Pour la phase finale de l'épandage, on peut distinguer deux catégories de critères :

- d'une part ceux précisant des paramètres pour le produit épandu dans sa globalité, de façon à obtenir une courbe de répartition transversale correcte. Ces caractéristiques ont généralement été définies pour des engrais simples mais restent évidemment valables pour les mélanges.

- d'autre part ceux précisant les différences maximales admissibles entre les composants du mélange de façon à ce que chaque composant soit épandu correctement.

Plusieurs chercheurs ont tenté de mettre en évidence une relation entre le diamètre médian de l'engrais et la répartition lors de l'épandage. Bien souvent, ils observent une augmentation de la largeur d'épandage avec le diamètre médian. Cependant des tests ont parfois procuré des résultats inverses. Pettersen et al [1991] ont ainsi des mesures où la conclusion inverse est obtenue (Tableau 1).

Tableau 1 - Exemple de largeur de travail à l'épandage en fonction de la granulométrie de l'engrais.

Dimensions des particules	Largeur optimale de travail
1,4 à 2 mm	14 m
2 à 2,8 mm	13,5 m
2,8 à 4 mm	13 m
4 à 5 mm	11,5 m

Tissot [1995] conclut, sur base de ses essais, qu'il est possible d'épandre correctement sur 24 m des engrais dont le diamètre médian est supérieur à 2,80 mm et que les réglages les plus aisés s'obtiennent pour des diamètres compris entre 3,00 et 3,50 mm.

Un second critère de qualité concerne l'étalement de la courbe granulométrique, et plus particulièrement les dimensions minimales et maximales des particules. Il existe dans la littérature plusieurs limites d'utilisation suivant les auteurs (Tableau 2).

Tableau 2. - Limites d'utilisation des engrais.

	Limite inférieure	Limite supérieure
Porskamp [1979]	1,5 mm	4,5 mm
Kampfe et al. [1982]	1,0 mm	/
Hofstee, Huisman [1990]	1,0 mm	/
Pettersen et al. [1991]	1,0 mm	5,0 mm
Speelman [In Hofstee, Huisman, [1990]	1,6 mm	/
Popp, Ullrich [-]	1,5 mm	4,5 mm

Dans la pratique la teneur en fines ne peut être nulle. Tissot [1995] constate que les engrais répondant aux critères suivants ont pu être épandus correctement avec des appareils travaillant en grande largeur :

- moins de 1 % des particules inférieures à 1,4 mm,
- moins de 2 % des particules supérieures à 5 mm,
- 90 % des particules entre 2,5 et 4,5 mm.

Il existe moins de renseignements concernant les autres caractéristiques physiques. Des essais réalisés par Tissot [1995] montrent que la masse volumique sans tassement influence également la répartition transversale de l'engrais. Les fertilisants ayant une masse volumique inférieure à 926 kg/m<sup>3</sup> n'ont pas pu être épandus correctement avec les distributeurs grande largeur. Il reconnaît cependant ne pas avoir réalisé d'essais avec des engrais ayant une masse volumique sans tassement comprise entre 926 et 955 kg/m<sup>3</sup>.

Decroux [1992] propose comme valeurs minimales de la masse volumique sans tassement 950 kg/m<sup>3</sup> pour les ammonitrates et 900 kg/m<sup>3</sup> pour les engrais complexes.

L'angle de talus d'éboulement influence également l'homogénéité de la répartition transversale de l'engrais. Selon ses essais, Tissot [1995] constate une difficulté à épandre correctement des engrais dont l'angle de talus est supérieur à 36°. Cependant, la largeur de travail optimale s'accroît généralement avec la valeur de l'angle de talus.

Sur base d'essais d'épandage de mélange, Tissot [1995] montre qu'il est possible, avec un distributeur performant, d'obtenir une bonne répartition pondérale de ce type de produit. Par contre, l'épandage des composants d'un mélange pris séparément montre que leur comportement individuel peut différer fortement. Leur particularité propre s'exprime également lorsqu'ils sont pris en mélange, ceci est montré lorsque l'on effectue une analyse chimique en fonction de la distance de projection. Pour l'exemple présenté (Figure 4), on observe que le Chlorure de Potassium a été projeté plus loin que les autres composants du mélange.

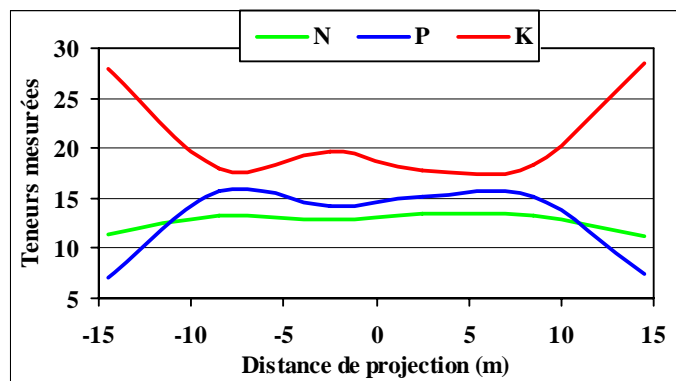


Figure 4. - Répartition transversale des nutriments lors de l'épandage d'un mélange (13-13-21 à une dose de 604 kg/ha).

Suite à ces observations, Tissot [1995] conseille de limiter les largeurs de travail lors de l'utilisation des mélanges d'engrais. Il propose également la solution du double recouvrement. Ainsi pour un réglage d'une largeur de travail de 24 m, on effectue un passage tous les 12 m à demi dose. En outre, selon l'avis de spécialistes de la fertilisation, l'apport d'azote mérite le plus grand soin et devrait être apporté séparément, tandis que les applications du phosphore et de la potasse peuvent se faire en tête de rotation [Destain et al, 1986].

Outre ce problème de répartition transversale, une mauvaise régularité de la formulation au cours de la vidange peut également apparaître. En effet, si les granules présentent des caractéristiques fort différentes, des phénomènes de ségrégation au cours du remplissage et de la vidange du distributeur peuvent se manifester. La vidange d'une trémie se déroule de façon telle que généralement les particules du milieu sont les premières à sortir (Figure 5). De ce fait, la composition chimique du mélange épandu peut varier en cours de vidange. Des essais ont montré ce phénomène dont l'action se cumule aux erreurs de répartition transversale.



Figure 5. - Illustration visuelle de la vidange d'une trémie (Doc. BASF).

Une autre observation réalisée est le fait des différences existant également entre l'engrais alimentant le disque droit et gauche. Sur l'exemple présenté (Figure 6), les unités de potasse sont nettement plus importantes à gauche qu'à droite, à l'inverse de l'azote et du phosphore.



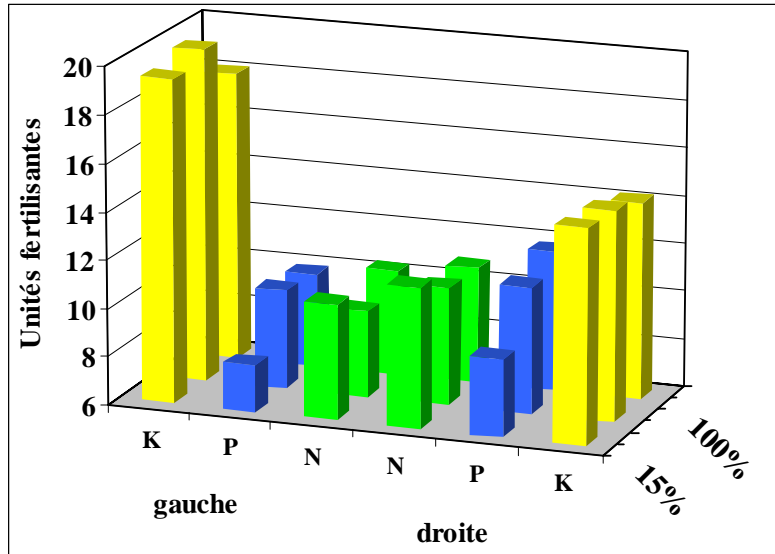


Figure 6. - Evolution de la composition chimique d'un mélange en cours de vidange du distributeur [Tissot et al, 1992].

## CHAPITRE II – MÉTHODOLOGIE

### 1. PRINCIPE GÉNÉRAL

Le principe général de l'expérimentation est le suivant, deux engrais de base sont sélectionnés selon la caractéristique analysée (granulométrie, masse volumique, forme). Un échantillon de chacune de ces matières est prélevé au départ afin d'en déterminer les caractéristiques physiques.

Le mélange obtenu subit une série de « tests » simulant des manipulations (écoulements) auxquelles sont normalement soumis les fertilisants. Des échantillons sont prélevés afin de quantifier l'éventuelle ségrégation. Finalement, une partie des mélanges fait l'objet d'un test d'épandage.

#### 1.1. La fabrication du mélange

Idéalement, il faudrait que chaque échantillon de mélange prélevé ait des caractéristiques physiques et chimiques constantes. Or, il existe deux sources de variations de composition chimique d'un échantillon par rapport à la teneur supposée [Miserque, 1998].

- d'une part les erreurs de composition globale résultant d'un non respect des quantités ou du dosage chimique des matières premières introduites dans le mélange.
- d'autre part, la composition du mélange peut évoluer durant la vidange du mélangeur.

La première cause s'identifie facilement en mesurant les quantités réellement introduites dans le mélangeur et en analysant la composition chimique des divers composants. Au cours des essais, les mélanges sont réalisés au départ de sacs d'engrais de 50 kg dont la masse est contrôlée.

La seconde est mise en évidence par la prise d'échantillons en début, milieu et fin de vidange du mélangeur. L'analyse de la teneur de ces divers échantillons indique immédiatement le phénomène.

La méthodologie des essais est la suivante :

- avant la fabrication du mélange, il faut relever les quantités exactes de composants introduites dans le mélange et prélever un échantillon représentatif de chacun.
- les temps de mélange et vidange sont chronométrés.
- dès le mélange terminé, il faut prélever au minimum trois échantillons lors de la vidange. Chaque échantillon est le résultat de plusieurs prélèvements. On évite de prélever de l'engrais dans les premiers kilos qui sortent ainsi que dans les derniers.
- les échantillons subissent d'une part une analyse chimique et, d'autre part, une analyse des propriétés physiques.

Le mélangeur a une capacité de l'ordre de 400 kg. Cette quantité est nécessaire dans le cas de réalisation d'un essai d'épandage afin d'obtenir suffisamment de matière. Le type d'appareil retenu est un système à vis verticale notamment parce que sa vidange est totale et qu'il ne présente donc aucun risque de pollution d'un mélange par les éventuels restes du précédent,

Sa qualité de travail a été vérifiée en contrôlant les deux points suivants pour plusieurs mélanges :

- la régularité de composition du mélange obtenu à la vidange du mélangeur,
- l'éventuelle formation de fines particules.

Un équipement de prélèvement a été adapté dès la conception de la machine de façon telle qu'il permet de traverser le flux d'engrais directement à sa sortie et ce avec un minimum de perturbations pour le flux.

## 1.2. Tests de ségrégation lors de l'écoulement

Les engrais peuvent subir diverses manipulations entre leur sortie du mélangeur et l'épandage final. Dès la sortie du mélangeur, le mélange doit souvent s'écouler dans une remorque et former un tas. Ensuite, l'engrais est transporté soit vers le lieu d'épandage, soit vers une zone de stockage intermédiaire dans des silos divers. Dans ce second cas, il est déchargé, ensuite rechargé et à nouveau transporté avant d'être épandu. Enfin, juste avant l'épandage, il est généralement transvidé d'une remorque dans le distributeur. On peut ainsi distinguer deux phénomènes principaux susceptibles d'entraîner une ségrégation :

- l'écoulement du mélange entraînant la formation d'un tas. Cet écoulement implique souvent le passage par une trappe (exemple : remplissage d'une remorque par le mélangeur, remplissage du distributeur d'engrais au départ d'une benne basculante, ...).
- les vibrations lors du transport provoquant notamment une percolation des fines particules

Pour chaque type de manipulation, il est nécessaire d'analyser l'influence de la variation des caractéristiques physiques des particules des composants.

L'écoulement est analysé de trois façons différentes :

- la formation d'un tas sur une surface plane directement au départ de l'engrais sortant du mélangeur. Des échantillons sont prélevés localement au sein de la masse.
- le remplissage d'une remorque avec prise d'échantillons au centre et au bord du chargement.
- la vidange de cette remorque par une trappe avec prélèvement d'échantillons dans le flux afin de suivre l'évolution du produit.

Pour le phénomène de vibration, il apparaît que le point principal sera la percolation de fines particules qui vont s'accumuler à la base du tas. L'expérimentation consiste à disposer une couche de fines particules au-dessus d'un engrais et de soumettre le récipient à des vibrations.

## 1.3. Tests de ségrégation de laboratoire

### 1.3.1. Tests de ségrégation suite à des vibrations

Plusieurs chercheurs ont étudié le comportement de matériaux granulaires suite à des vibrations. Des expériences révèlent des phénomènes intéressants.

Dans sa thèse, Wassgren [1997] reprend les travaux de Bachman (1940) et de Kroll (1954) qui montrèrent que le comportement du lit de particules est significativement influencé par son épaisseur. Ils distinguent ainsi les lits peu profonds et les lits épais. Le seuil séparant les deux est tel que :

$$\frac{h_0}{d} = 6$$

où  $h_0$  est l'épaisseur moyenne du lit et  $d$  est le diamètre des particules.

Pour les lits peu profonds, les particules rebondissent de façon aléatoire tandis que pour les épais, les particules agissent comme un ensemble unique, plastique.

Plus tard, Thomas et al (1989) décrit quatre catégories distinctes de lit de particules présentant des comportements spécifiques lors de l'application de vibrations :

- Etat Newtonien I : il concerne les lits les moins épais ( $h_0/d \approx 0,17$ ). Il présentent peu de variation de concentration verticale au cours d'un cycle.
- Etat Newtonien II : ( $h_0/d \approx 0,273$ ) une couche s'accumule pendant une partie de chaque cycle de vibration.
- Etat « cohérent-expansé » : les particules oscillent comme une masse cohérente mais celle-ci présente des contractions et des expansions marquées à chaque cycle.
- Etat « cohérent-condensé » : il correspond au lit épais de Bachmann.

Ces derniers, les plus intéressants dans notre cas, présentent divers comportements lorsqu'ils sont soumis à des oscillations notamment la convection, la formation de talus, de vagues en surface, ...

La convection est ce phénomène au cours duquel, les particules se déplacent au sein de la masse soumise à des vibrations. Ces mouvements diffèrent selon les matériaux, le récipient et évidemment les vibrations

La convection s'observe dès que

$$\Gamma = \frac{a\omega^2}{g} = 1,2$$

avec :

a = amplitude de l'oscillation,

$\omega = 2\pi f$ , f étant la fréquence de l'oscillation,

g = 9,81 m/s<sup>2</sup>

Des parois de cellules lisses permettent de réduire la vitesse de convection des particules. Par contre, cette vitesse s'accroît avec l'augmentation de  $\Gamma$  pour une fréquence fixe et avec la diminution de la fréquence pour un  $\Gamma$  fixe, elle est donc liée à l'amplitude de l'accélération

Pour des valeurs de  $\Gamma$  inférieures à 1, la couche du bas reste en contact avec le récipient.

Andersson [1994] a soumis un récipient rempli de deux couches de billes d'une épaisseur totale de 6 cm à des vibrations d'une amplitude de 3 mm. Les sphères disposées à la base ayant des dimensions supérieures à celles du sommet. Elle a testé plusieurs fréquences de vibration (1,5 à 20 Hz) et divers rapports entre les dimensions des billes (0,1 à 0,75). Elle conclut que pour des fréquences inférieures à 10 Hz, aucun mélange ne se produit entre les deux couches et ce quelles que soient les dimensions des billes. Notons que cela correspond bien à un  $\Gamma$  égal à 1,2. Au-delà de cette fréquence, elle observe des phénomènes de ségrégation verticale, horizontale ou les deux, voire enfin un mélange des deux types de billes. Au-delà de 16 Hz, elle observe un mélange des billes quelles que soient leurs dimensions.

Vibrations (amplitude 3 mm)			Rapport dimension particules					
Accél. (g)	Fréquence		0,1	0,25	0,33	0,5	0,67	0,75
	(Hz)	(tr/min)						
0,03	1,67	100	<i>Pas de mélange</i>					
0,13	3,33	200						
0,30	5,00	300						
0,54	6,67	400						
0,84	8,33	500						
1,21	10,00	600						
1,64	11,67	700						
2,15	13,33	800						
2,72	15,00	900						
3,35	16,67	1000						
4,06	18,33	1100	<i>Mélange</i>					

Figure 7. - Comportement de deux couches de billes suite à des vibrations (Andersson, 1994).

Jullien [1992] a proposé une explication du phénomène de remontée des grosses particules au sein d'un lit de granules de plus petites dimensions. Lors des secousses verticales, brèves, directionnelles et bien espacées, il considère que l'ensemble subit une expansion verticale qui éloigne suffisamment les particules les unes des autres. Lors de la retombée, les petites particules vont être susceptibles de rouler sur les sphères arrivées avant elles et donc de s'accumuler dans la zone située sous la grosse particule avant qu'elle n'arrive à son tour. Cette dernière occupera donc une position plus élevée qu'au départ et montera de cette façon progressivement à chaque secousse. L'auteur remarque également l'existence d'un rapport critique des diamètres à partir duquel la montée des éléments de grandes tailles est stoppée. Sur base de leur simulation, ce rapport serait de 3 pour un matériau présentant un angle de talus de 50°. Dans des situations plus courantes, avec des valeurs de 25 à 35°, ce rapport devrait avoisiner 1,5.

La convection peut être influencée par la masse volumique des particules. Cleary [1999] a observé la ségrégation de particules de 3 cm de diamètre mais dont la masse volumique était de 1.600 et 3.600 kg/m<sup>3</sup>. Après 55 secondes de vibrations, on remarque clairement une concentration des billes les plus lourdes dans le fond et des plus légères sur le dessus. Cependant, il reconnaît que le mécanisme responsable de la ségrégation due à la masse volumique n'est pas bien connu.

Cleary a également analysé le comportement d'un mélange de deux matériaux granulaires de diamètre 25 et 12,5 mm lorsque ceux-ci sont transportés sur un tapis. Il constate une ségrégation qui s'opère notamment lorsque la bande passe sur les rouleaux supports.

Cependant, le problème devient préoccupant pour des bandes transporteuses dont la longueur dépasse le kilomètre. Il observe également que la ségrégation a deux composantes :

- les fines particules percolent assez rapidement à travers les plus grosses et s'accumulent sur le tapis. Ce phénomène est assez rapide,
- ensuite, les particules plus petites repoussent progressivement les plus grosses vers le dessus. Ce second processus est plus lent que le premier.

Généralement, les véhicules de transport produisent des sollicitations d'une fréquence comprise entre 100 et 300 Hz. L'accélération moyenne est souvent inférieure à 1g [William I Kipp, -].

Concernant les tracteurs agricoles, A. Deltenre [1993] a mesuré au niveau de l'essieu arrière d'un tracteur sans suspension des vibrations dont la fréquence principale se situe entre 30 et 40 Hz avec des accélérations inférieures à 0,8 m/s<sup>2</sup>. Il précise également que l'utilisation

d'un outil attelé au tracteur diminue d'autant les niveaux vibratoires que sa masse ou le transfert de masse dans le cas d'une remorque est important.

En outre, il est bon de signaler que les tracteurs modernes peuvent actuellement être équipés d'une suspension du pont avant et du relevage hydraulique. Ces deux accessoires réduisent le niveau des vibrations.

Des essais ont été menés en 1999 par la DLG sur des tracteurs récents en effectuant un parcours sur un chemin en mauvais état ainsi que sur une piste d'essai. Ils ont observé des valeurs d'accélération au niveau du châssis comprises entre 0,3 et 0,8 g, selon le tracteur et l'état de la suspension (activée ou bloquée). Ces valeurs sont encore plus faibles lors de déplacements sur des routes asphaltées en bon état.

### 1.3.2. Tests de ségrégation lors d'écoulement

Les physiciens utilisent régulièrement des appareils dans le but de provoquer une ségrégation entre éléments granulaires afin de comprendre les phénomènes qui la favorisent. Les équipements les plus simples et courants sont :

- La cellule de Hele-Shaw : il s'agit d'une boîte dans laquelle on laisse un tas se former naturellement suite à un écoulement.
- Le tambour rotatif : il s'agit d'un tambour partiellement rempli du mélange et mis en rotation.
- Le cylindre rotatif ou cylindre de Oyama : il s'agit ici d'un cylindre partiellement rempli et mis en rotation en position horizontale.

En comparant les différents systèmes, il apparaît que le plus adapté est la cellule de Hele Shaw. Elle consiste en une boîte parallélépipédique que l'on va remplir dans un coin avec le mélange étudié. Un cône se forme et un processus de ségrégation plus ou moins marqué se développe (Figure 8). Généralement, au moins une face de la cellule est transparente afin de visualiser l'écoulement et la démixtion éventuelle. Les dimensions de la cellule ne sont pas imposées et certaines permettent même de régler l'écartement des parois latérales. On notera simplement que plus les dimensions des matériaux sont élevées, plus la boîte doit être grande.

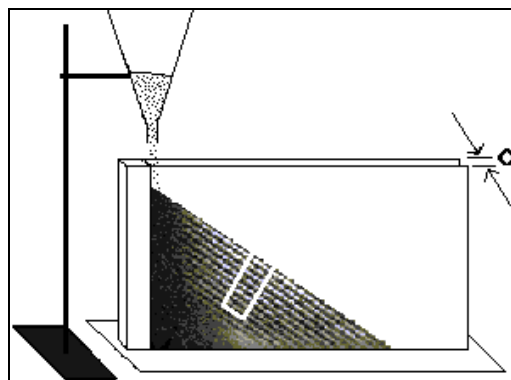


Figure 8. - Illustration d'une cellule de Hele Shaw.

Une adaptation de ce dispositif a été proposée par Lecocq [2000] afin de séparer la partie située sous l'écoulement et la base du tas formé. Ceci est possible simplement en ouvrant la paroi verticale sur laquelle s'appuie le tas. Cela permet de constituer deux échantillons qui peuvent être comparés aisément (granulométrie, ...). Les autres systèmes permettent moins facilement de mesurer la ségrégation.

Ce dispositif présente l'avantage de simuler un écoulement tel qu'il se produit en réalité lors du remplissage d'une remorque. En outre, il est extrêmement simple à construire et à

utiliser. Les deux échantillons récupérés peuvent alors faire l'objet de mesures de caractéristiques physiques ou chimiques traditionnelles.

Un autre avantage non négligeable est lié au fait que ce procédé est utilisable pour des mélanges avec un nombre de composants supérieurs à 2, ce qui n'est pas le cas des autres.

Les paramètres à régler sont également moins nombreux que ceux des cylindres et tambours. Outre les dimensions, seul le débit d'alimentation peut influencer le résultat. Au plus il est lent, au mieux le phénomène de ségrégation se marque.

#### 1.4. L'épandage

Lors de l'épandage, les particules d'engrais peuvent se comporter différemment selon leurs caractéristiques. Le résultat est une répartition différente sur le sol des divers éléments chimiques (Azote, Phosphore et Potassium). Les mélanges ainsi fabriqués ont fait l'objet de tests d'épandage.

L'appareil d'épandage est de type centrifuge et comporte deux disques. Il s'agit du modèle Alpha 1131 de marque Rauch. Le réglage de la largeur de travail s'opère en modifiant la longueur et/ou l'angle des pales sur le disque. Le débit se règle en ouvrant plus ou moins fortement les trappes de vidange.

La dose de 300 kg/ha a été retenue afin de permettre trois répétitions après réglage de la machine. Lorsque la quantité d'engrais résiduelle au terme de ces passages était suffisante, un dernier essai à 600 kg/ha a été effectué. Le réglage du débit de l'appareil a été réalisé préalablement. La largeur de travail choisie est de 24 m et la vitesse de travail est de 8 km/h.

Sur champ, deux dispositifs ont été mis en place (Figure 9). Le premier est constitué de bacs de réception de 50 cm de côté, placé perpendiculairement à l'avancement du tracteur, tous les mètres sur un plan d'une largeur de 56 m. Il permet d'obtenir la courbe de répartition pondérale de l'engrais après passage de l'épandeur. Le second dispositif comporte également des bacs mais placés parallèlement au passage du tracteur. Trois sont situés dans l'axe de passage du tracteur, quatre se trouvent à une distance de 8 m à gauche et à droite de cet axe et enfin cinq sont mis à 16 m du passage. L'engrais recueilli par chaque série de bacs est rassemblé et identifié selon son origine (éloignement de l'axe du tracteur et gauche ou droite). Les cinq échantillons ainsi obtenus à chaque passage du distributeur font l'objet d'une analyse de composition chimique.

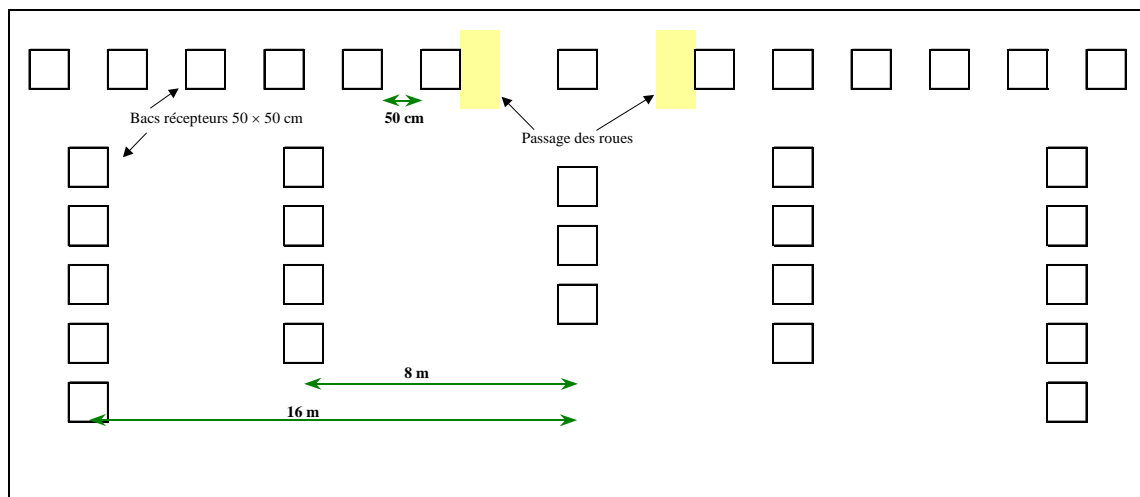


Figure 9. Illustration du dispositif expérimental pour les tests d'épandage.

## 2. PROTOCOLE D'ÉCHANTILLONNAGE

Nous devons distinguer pour nos mesures deux types d'échantillons :

- ceux de matières premières qui doivent représenter l'engrais composant le mélange,
- ceux de suivi du mélange qui doivent mettre en évidence une éventuelle différence de composition ou une ségrégation à l'intérieur du mélange.

### 2.1. Les échantillons de matières premières

Ceux-ci vont permettre d'établir la carte d'identité des propriétés physiques des composants du mélange. Les quantités qui vont entrer dans le mélange seront de 4 sacs de chaque matière première, soit 200 kg. Un échantillon est prélevé à chaque sac entrant dans la composition du mélange. L'équipement permet de diviser le contenu d'un sac dans son entièreté. Les échantillons de chaque matière première seront alors rassemblés. Le processus de division sera tel que l'on obtient un échantillon final d'une masse comprise entre 10 et 15 kg. Cette quantité se justifie pour effectuer l'ensemble des tests de propriétés physiques dont notamment l'angle de talus qui exige une quantité suffisante d'engrais.

### 2.2. Les échantillons de mélange

La majorité des procédures d'échantillonnage tentent d'obtenir un échantillon représentatif du lot de départ. Dans notre cas, nous souhaitons au contraire, que chaque échantillon soit représentatif uniquement d'une part du mélange. La portion pouvant être définie par une notion de :

- temps (début, milieu et fin de vidange)
- position (emplacement dans un container, au sein d'un tas).

Chaque portion doit être considérée comme un lot, pour lequel les règles d'échantillonnage doivent être respectées.

Il faut également que l'échantillon ait une masse suffisante pour y réaliser les analyses des caractéristiques physiques.

#### 2.2.1. *Echantillonnage à la fabrication*

Afin de mettre en évidence une variation de composition (chimique ou physique) durant la vidange, il est nécessaire de prélever plusieurs échantillons dès la sortie du mélangeur sur le produit en mouvement.

La norme EN 1482 indique que pour des lots de moins de 5 tonnes, il faut considérer au moins dix unités d'échantillonnage. Chacune d'entre elles devant faire l'objet d'un prélèvement.

Pour la vérification de régularité du mélangeur, trois prises successives sont additionnées de façon à limiter le nombre total d'échantillons à trois. Seuls les premiers essais de mise au point de l'appareil ont fait l'objet de prélèvements plus importants. La masse globale de l'échantillon à analyser doit atteindre 600 g. La prise d'échantillon doit se réaliser en traversant le flux d'engrais entièrement. Un dispositif a été installé sur le mélangeur et permet la prise d'échantillon grâce à un godet muni d'une fente qui opère en traversant entièrement l'écoulement.

#### 2.2.2. *Echantillonnage lors des manipulations*

Il faut distinguer diverses manipulations :

- l'écoulement sur la plaque,
- le remplissage d'une remorque (benne),
- la vidange de cette remorque par une trappe.



Pour les manipulations de vidange, le protocole d'échantillonnage est similaire à celui établi pour le suivi de la régularité du mélange. L'engrais est en mouvement, l'appareillage consiste simplement en un godet muni d'une fente (25 mm de large).

Les prélèvements sur le tas ou dans la remorque sont par contre beaucoup plus délicats. Il s'agit de mettre en évidence une éventuelle ségrégation susceptible d'avoir des conséquences sur l'uniformité de la composition du mélange. Le dispositif doit donc prélever localement des échantillons et ne pas perturber le tas entre les prises successives.

Une sonde a été conçue afin de permettre la prise d'un échantillon localisé avec un minimum de perturbations au niveau du tas. Il s'agit de deux tubes concentriques pourvus d'une fente longitudinale d'environ 1 mètre de long et 2,5 cm de large. Les deux cylindres étant libres l'un par rapport à l'autre, il est possible d'introduire la sonde dans le tas de façon telle que les deux fentes ne soient pas en vis-à-vis. L'engrais ne peut ainsi pénétrer dans la sonde. Aussitôt cette dernière en place, on effectue une rotation du cylindre intérieur et l'engrais pénètre dans la sonde lorsque les deux ouvertures sont en correspondance. La sonde est ensuite refermée et extraite du tas avec précaution.

Pour l'écoulement sur la plaque, deux échantillons sont prélevés (Figure 10). Ils résultent de :

- 3 sondages à environ 5 cm de la base et rassemblés en un seul lot,
- 2 prises à environ 25 à 30 cm de hauteur du tas et réunis en un seul lot.

Les contenus de ces lots sont divisés selon que l'engrais provient du centre, du bord du tas et de la zone intermédiaire pour l'échantillon du bas. Ce qui conduit à obtenir finalement cinq échantillons supposés représenter une portion définie du tas.

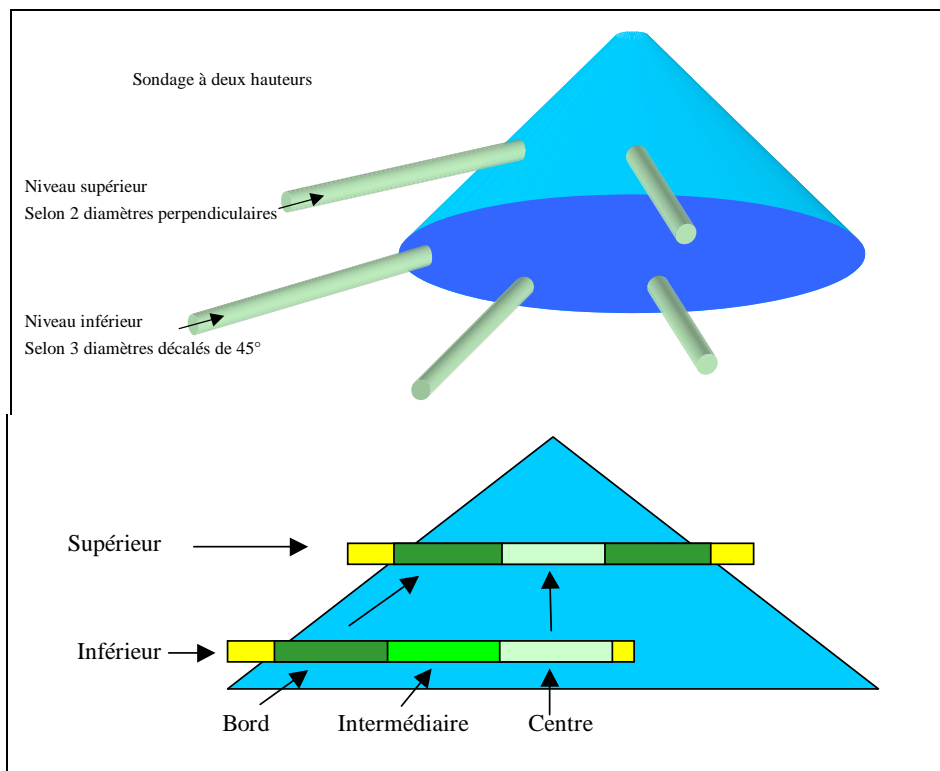


Figure 10. - Illustration de la prise d'échantillon sur le tas de la plaque.

Deux échantillons sont prélevés dans la remorque remplie :

- l'un représentant la partie centrale du chargement et constitué de trois sondages dans le centre du tas,
- l'autre représentant la zone du bord et issus de sondages à gauche et à droite dans le chargement.

### 2.2.3. Echantillonnage lors de l'épandage

La méthode de test d'un distributeur d'engrais a été décrite par Tissot [1995]. En résumé, elle consiste à placer des bacs récepteurs sur toute la largeur d'épandage de l'appareil. On effectue un passage avec ce dernier et on pèse l'engrais recueilli dans chaque bac.

Pour une analyse de la ségrégation, on a disposé longitudinalement des bacs par trois ou cinq à certaines positions caractéristiques à savoir l'axe de passage du tracteur, le tiers et les deux tiers de la largeur de travail de chaque côté du distributeur.

## 3. SYNTHÈSE DU PROTOCOLE DE L'EXPÉRIMENTATION

La figure 11 reprend le schéma du protocole de l'expérimentation réalisée.

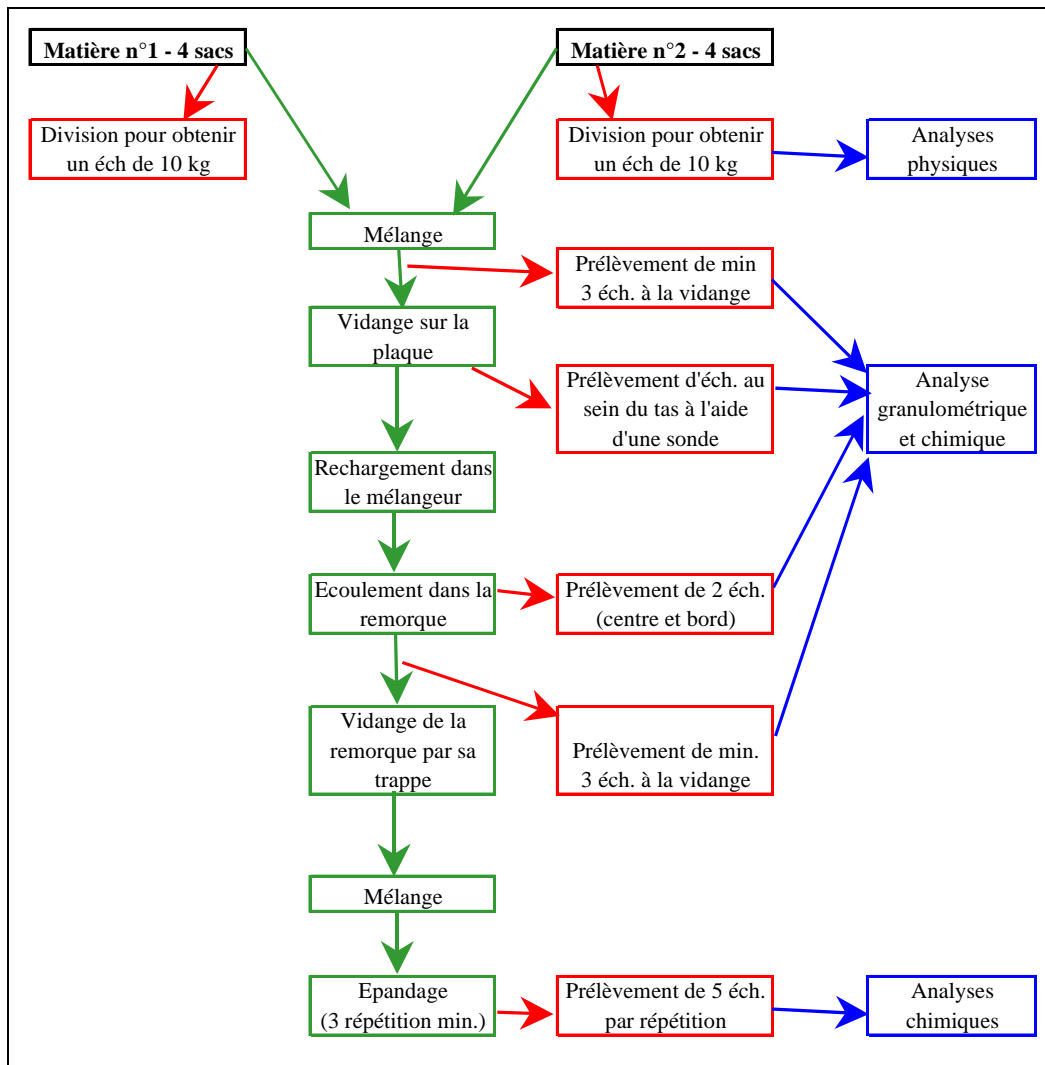


Figure 11. –Représentation synthétique du protocole expérimental.

#### 4. DÉFINITION DES MÉLANGES

Différentes matières premières ont été choisies en fonction de leurs caractéristiques. En les combinant, il sera possible d'analyser l'influence d'une différence d'une propriété donnée sur le comportement du mélange. Trois types de différences sont étudiées :

- la granulométrie,
- la forme,
- la masse volumique.

Les propriétés des matières premières disponibles sont reprises au tableau 3.

Tableau 3. - Liste des engrais disponibles et de leurs propriétés.

Type	Formule	d <sub>16</sub>	d <sub>50</sub>	d <sub>84</sub>	GSI	Angle (°)	Fluidité kg/min	MV ST kg/m <sup>3</sup>	MV AT kg/m <sup>3</sup>
		mm	mm	mm					
PK	0-15-30	2,6	3,2	4,0	21,98	35,2	5,2	1096,4	1152,7
PK	0-12-7	2,8	3,5	4,1	18,57	34,8	5,7	1229,0	1286,0
K	0-0-60	2,1	3,1	4,1	32,48	38,7	5,4	1076,5	1174,7
Dolomie	0-0-0	2,8	3,3	4,1	19,49	34,8	6,5	1262,2	1336,2
NPK	14-7-21	2,9	3,5	4,1	16,38	33,1	5,3	1042,3	1098,0
NP	12-54-0	2,6	2,9	3,3	13,11	33,2	5,2	977,4	1029,8
N	20-0-0	2,9	3,4	4,0	15,53	31,2	5,6	1099,0	1157,5
PK	0-12-18	2,6	3,0	3,6	17,23	34,4	5,9	1126,8	1181,6
N	26-0-0	2,6	3,1	4,0	21,32	35,8	4,4	877,8	946,6
K	0-0-11	1,6	2,6	4,0	46,44	37,3	5,9	1182,5	1266,4
Kiésérite	0-0-0	2,2	2,9	3,7	25,52	34,9	7,3	1374,8	1446,9
N	27-0-0	2,5	3,3	3,9	20,78	30,7	5,6	1064,0	1116,5
PK	0-14-18	3,4	4,3			33,6	6,0	1334,8	1394,5
NP	18-46-0	2,7	3,2	3,8	17,83	35,9	4,2	907,1	961,6
P	0-26-0	2,6	3,1	3,8	18,56	35,3	5,6	1146,2	1219,3
NK	16-0-31	2,6	3,0	3,6	17,77	33,7	5,3	1018,4	1076,7
NPK	5-14-28	2,9	3,4	3,9	15,86	33,2	5,6	1134,5	1195,1

On a eu recours à un système de tamisage afin de modifier la granulométrie de certains composants du mélange. Ce procédé a été utilisé pour rapprocher les courbes granulométriques des composants lors de l'analyse d'une différence de forme ou de masse volumique.

Le tableau 4 reprend les divers mélanges réalisés en fonction du paramètre étudié. Pour chacun, 4 sacs de 50 kg de chaque matière première ont été utilisés. Pour chaque critère étudié, quatre mélanges ont été réalisés, excepté pour l'analyse de l'étalement où seuls trois mélanges ont pu être fait. Outre ceux-ci, deux mélanges « parfaits », c'est-à-dire dont les composants sont physiquement très semblables ont fait l'objet de mesures ainsi que des mélanges dont les constituants combinent plusieurs différences.

Tableau 4. - Composition des mélanges réalisés selon le critère étudié.

Critère étudié	Ecart	N° mél.	Composant n°1	Composant n°2
<b>Granulométrie – diamètre médian (d<sub>50</sub>)</b>	Fort	12	PK 0-14-18	Dolomie
		16	Kiésérite	PK 0-14-18
	Moyen	19	NPK 14-7-21	PK 0-12-18
		26	NPK 14-7-21	NK 16-0-31
<b>Granulométrie – étalement</b>	Fort			
	Moyen	29	NP 12-54-0	NK 16-0-31 (modifié)
		32	NP 18-46-0 (modifié)	N 26-0-0 (modifié)
<b>Forme</b>	Fort	20	N 27-0-0	K 0-0-60 (modifié)
		30	K 0-0-60	N 27-0-0 (modifié)
	Moyen	25	N 20-0-0	NPK 5-14-28
		15	N 27-0-0	PK 0-15-30
<b>Masse volumique</b>	Fort	11	Kiésérite	N 26-0-0
		17	NP 18-46-0	Dolomie
		31	N 26-0-0	kiésérite
	Moyen	18	NPK 14-7-21	PK 0-12-7
		27	PK 0-15-30	Dolomie
<b>Sans différence</b>		28	NP 12-54-0	NK 16-0-31 (modifié)
		21	K 0-0-11	K 0-0-11
<b>Granulométrie – diamètre et étalement</b>		13	NPK 14-7-21	NP 12-54-0
		14	K 0-0-60	K 0-0-11
		33	P 0-26-0 (modifié)	PK 0-12-18 (modifié)
		34	Oligolith (modifié)	PK 0-12-7 (modifié)
<b>Granulométrie - masse</b>		9	N 27-0-0	PK 0-14-18
		23	NPK 5-14-28	NK 16-0-31
<b>Granulométrie - forme</b>		10	N 20-0-0	PK 0-15-30
<b>Granulométrie – forme – masse volumique</b>		22	K 0-0-11	PK 0-14-18

## CHAPITRE III – RÉSULTATS

### 1. LES CARACTÉRISTIQUES PHYSIQUES DES PARTICULES D'ENGRAIS

On trouve dans la littérature un grand nombre de caractéristiques physiques. Certaines d'entre elles font l'objet d'une norme définissant clairement la méthode de mesure. On peut citer :

- la granulométrie (norme EN 1235),
- l'angle de talus (norme EN 12047),
- la masse volumique sans tassement (norme EN 1236),
- la masse volumique après tassement (norme EN 1237),
- la fluidité (norme EN 13299),

Par contre, le coefficient de forme ou la sphéricité ne font pas l'objet d'une méthode de mesure standardisée et sont approchées par la valeur de l'angle de talus. Cependant, cette valeur ne dépend pas uniquement de la forme des particules mais également de la granulométrie.

#### 1.1. L'analyse granulométrique

Elle représente la distribution massique des tailles de particules. Pour la réalisation de la mesure, on se réfère à la norme EN 1235 ( $\approx$  norme ISO 8397 : 1998 modifiée). L'équipement consiste en un appareil à tamiser équipé au maximum de sept tamis. La masse de chaque fraction recueillie est alors déterminée par pesée (Figure 12).

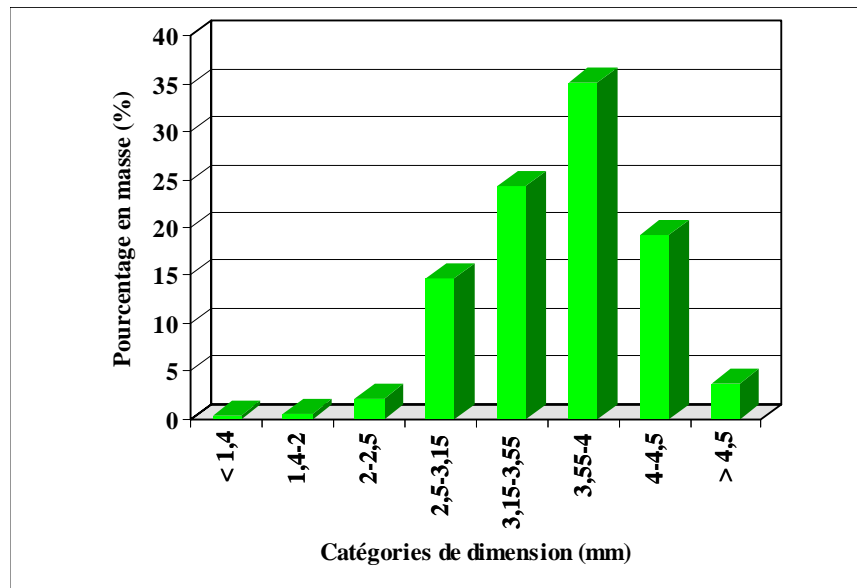


Figure 12. - Exemple de distribution granulométrique.

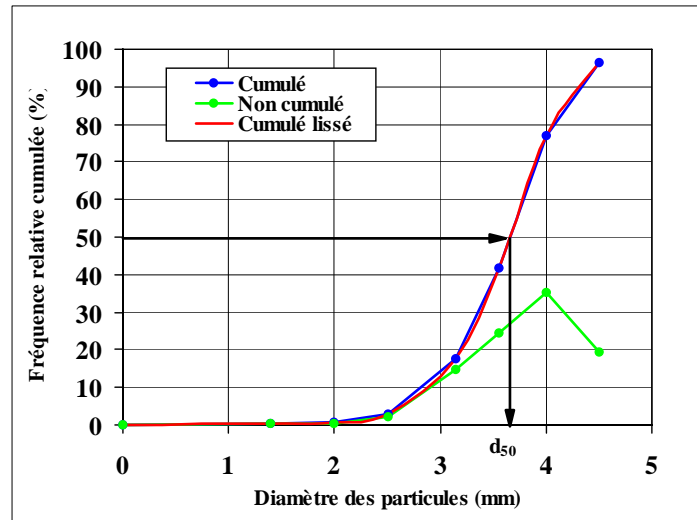


Figure 13. - Courbes granulométriques et représentation du diamètre médian.

On peut ainsi calculer divers diamètres caractéristiques dont le diamètre médian  $d_{50}$  (Figure 13). Ce dernier est la dimension théorique des mailles d'un tamis au travers duquel la moitié de la masse d'engrais passerait. Il se calcule par la formule :

$$d_{50} = z_n + \frac{(50 - C_n)}{(C_{n+1} - C_n)} \times (z_{n+1} - z_n)$$

où :

- $Z_n$  est l'ouverture minimale des mailles du tamis, en mm, pour laquelle le total du passant est presque égal, mais inférieur à 50%.
- $Z_{n+1}$  est l'ouverture minimale des mailles du tamis, en mm, pour laquelle le total du passant est presque égal, mais supérieur à 50%.
- $C_n$  est le pourcentage cumulé du passant pour le tamis (n)
- $C_{n+1}$  est le pourcentage cumulé du passant pour le tamis n+1

D'autres diamètres tels que  $d_5$ ,  $d_{10}$ ,  $d_{16}$ ,  $d_{84}$ ,  $d_{90}$  peuvent être calculés selon le même principe. Il est également possible de déterminer une série d'indices de dispersion des diamètres des particules.

- La dispersion granulométrique est la dimension en millimètre résultant de la formule suivante :

$$\Delta_{xy} = d_x - d_y$$

où  $d_x$  et  $d_y$  sont les dimensions théoriques des mailles de tamis pour lesquelles la masse cumulée de passant est respectivement de x et y %. Si x est égal à 84 et y à 16, on obtient la dispersion granulométrique sans indice :

$$\Delta = d_{84} - d_{16}$$

Sur base de la valeur de la dispersion granulométrique, un indice de dispersion a été défini, il s'agit du Granulometric Spread Index ( $GSI_{xy}$ ) calculé par la formule suivante :

$$GSI_{xy} = \frac{\Delta_{xy}}{2 \times d_{50}} \times 100$$

Pour les valeurs respectives de x et y de 84 et 16, on définit également le Granulometric Spread Index sans indice :

$$GSI = \frac{\Delta}{2 \times d_{50}} \times 100$$

Le choix des valeurs 16 et 84 trouve son explication en posant l'hypothèse que la distribution granulométrique non cumulée est proche d'une courbe gaussienne. Dans ce cas, l'écart entre le  $d_{16}$  et le  $d_{84}$  représente deux fois la valeur de l'écart type. L'European Blenders Association (EBA) avait nommé cet indice  $V_a$ .

D'autres techniques de mesure granulométrique existent et se développent actuellement. L'une d'entre elles est la détermination par analyse d'images. Cette méthode présente l'avantage de combiner les mesures de taille et de forme. La difficulté principale réside dans le passage d'une mesure dimensionnelle à la présentation d'une granulométrie en masse telle qu'obtenue par le tamisage. Cela implique d'une part, le calcul du volume des particules qui est plus ou moins éloigné d'une sphère selon l'engrais et d'autre part, à multiplier par la masse volumique pour obtenir la masse des particules.

## 1.2. L'angle de talus d'éboulement

Il s'agit de l'angle par rapport à l'horizontale formé par un tas d'engrais obtenu naturellement en le laissant s'écouler par un orifice. La norme de mesure retenue est la norme Européenne EN 12047 ( $\approx$  Norme ISO 8389 :1989 modifiée). L'appareillage consiste en un entonnoir placé au-dessus d'une plaque plane et carrée. Quatre diamètres décalés de  $45^\circ$  sont tracés en passant par le centre de la plaque. On remplit l'entonnoir d'engrais que l'on laisse ensuite s'écouler sur la plaque. L'engrais forme alors un cône. La moyenne des quatre diamètres donne l'angle de talus par la formule :

$$\alpha = \arctan\left(\frac{2h}{d-d_1}\right)$$

où

- h est la hauteur du cône en mm (=120 mm),
- d est la moyenne arithmétique des 4 diamètres mesurés en mm,
- $d_1$  est le diamètre interne du support de l'entonnoir (25 mm).

Cette mesure donne, entre autres, une appréciation de la rugosité des particules et de leur cohésion à l'intérieur d'un tas. Il existe une relation entre l'étalement de la courbe granulométrique (GSI) et la valeur de l'angle de talus (Figure 14). Signalons cependant que l'on distingue 4 groupes de points correspondant chacun à un type d'engrais donné. Si l'on considère chacun de ces groupes isolément, on n'observe aucune relation entre les deux grandeurs. Par contre si l'on sépare les engrais à tendance sphérique et ceux à tendance anguleuse (chlorures de potasse et kaïnite), on constate pour le premier groupe une augmentation de l'angle de talus avec le GSI, tandis que pour le second groupe, l'angle de talus ne paraît pas influencé par le GSI.

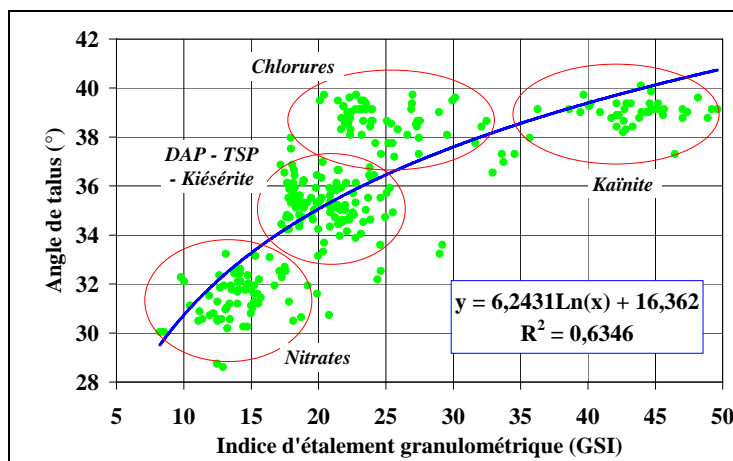


Figure 14. - Relation entre l'indice d'étalement granulométrique et l'angle de talus.

Grasseli et Hermmann [1997] indiquent que l'angle de talus dépend de la forme et de la distribution granulométrique.

Des expérimentations ont également montré que l'angle de talus augmente avec la densité. Les expérimentations suggèrent que  $\tan\theta$  est fonction de  $a \times (\rho - \rho_m) + b$ , où  $\rho_m$  est la densité maximale et  $a$  et  $b$  sont des constantes.

Enfin, ils précisent que les valeurs mesurées dépendent de l'humidité et de la façon dont le tas a été formé.

Des mesures réalisées sur des engrais dont les fractions granulométriques ont été modifiées montrent qu'effectivement l'angle de talus est lié à la dimension des particules. Pour un produit donné, l'augmentation de taille des particules se traduit par une valeur d'angle de talus plus importante (Figure 15).

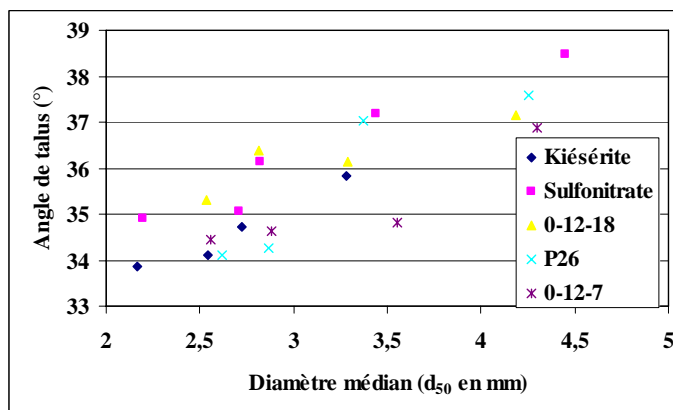


Figure 15. - Relation angle de talus et diamètre médian pour divers engrais.

### 1.3. La masse volumique sans tassement

Elle est déterminée selon la norme EN1236 ( $\approx$  norme ISO 3944 : 1992 modifiée). Le mode opératoire et l'équipement sont relativement simples. On verse dans l'entonnoir fermé une quantité d'engrais supérieur au contenu du cylindre gradué. On laisse alors s'écouler l'engrais dans le cylindre en le laissant déborder. On enlève le surplus à l'aide d'une spatule en évitant les vibrations et on pèse alors la masse du contenu du cylindre.



La masse volumique est égale à  $m/V$ ,  $V$  étant le volume en  $m^3$  du cylindre gradué et  $m$  est la masse de l'engrais dans le cylindre en kg.

#### 1.4. La masse volumique après tassement

La norme EN 1237 ( $\approx$  norme ISO 5311 : 1992 modifiée) est suivie pour cette mesure. On procède comme pour la mesure de la masse volumique sans tassement mais on ajoute au-dessus du cylindre gradué un collier qui sera rempli d'engrais. On place alors le cylindre sur la machine à tasser. Après vibration, on retire le cylindre, on enlève son collier et on racle le surplus d'engrais qui dépasse du cylindre. Le contenu du cylindre est alors pesé. La formule de calcul étant la même que pour masse volumique sans tassement

La masse volumique après tassement est supérieure à la valeur de la masse volumique sans tassement de l'ordre de  $50 \text{ kg/m}^3$ . L'accroissement est supérieur pour des matières anguleuses telles que les chlorure de Potassium et moindre pour les granules sphériques tels que les nitrates. Il existe en effet une certaine relation entre l'écart observé entre les valeurs des masses volumiques après et sans tassement et la valeur de l'angle de talus (Figure 16).

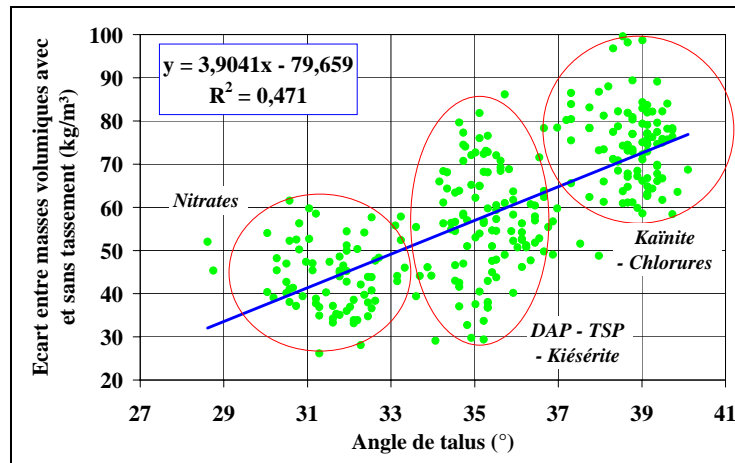


Figure 16. - Relation entre la différence des masses volumiques et l'angle de talus.

Dans la littérature, on retrouve la notion de compacité qui est le rapport entre le volume solide et le volume total d'un empilement. Cette approche se rencontre essentiellement dans le domaine du béton où l'on mélange divers agrégats de dimensions différentes et avec lesquels les industriels tentent d'obtenir des densités maximales lors du vibrage notamment.

#### 1.5. La fluidité

Elle est calculée à partir de la mesure du temps nécessaire pour que 2 kg d'engrais s'écoule au travers d'un entonnoir étalonné. Les dimensions de l'entonnoir sont standardisées et celui-ci doit être préalablement étalonné avec des billes en verre afin de déterminer son coefficient d'étalonnage  $C_f$ .

La fluidité ( $F$ ) de l'engrais est défini par l'équation :

$$F = m_f \times \frac{60}{t_f} \times C_f$$

où :

- $F$  est la fluidité (kg/min),
- $m_f$  est la masse de l'engrais (kg),
- $t_f$  est le temps d'écoulement (sec),

- cf est un coefficient d'étalonnage de l'entonnoir.

La valeur de la fluidité est fortement liée à la masse volumique avec ou sans tassement (Figure 17). Ainsi un engrais ayant une fluidité élevée ne s'écoule pas nécessairement mieux qu'un autre de fluidité plus faible si sa masse volumique est élevée.

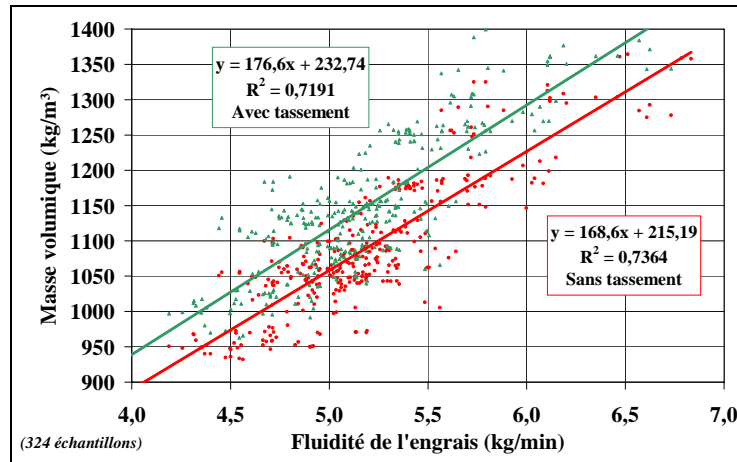


Figure 17. - Illustration de la relation masse volumique – fluidité (kg/min).

Des essais concernant la valeur de la fluidité réalisés par Hydro Agri ont montré la possibilité de l'exprimer en fonction du diamètre médian ( $d_{50}$ ), de la masse volumique sans tassement et d'un coefficient de sphéricité. Ce dernier étant déterminé par un système conçu par la société même. Grâce à la base de données constituée avec toutes les mesures sur les matières premières, nous avons cherché une relation de ce type. La valeur du coefficient de sphéricité est ici remplacée par celle de l'angle de talus.

La relation obtenue avec 291 échantillons d'engrais courants est la suivante :

$$F_{cal} = 4,086 - 0,5 \times d_{50} + 0,0057883 \times MV - 0,1 \times Angle$$

Le coefficient de détermination est de 0,85, ce qui est très bon étant donné l'imprécision liée aux 3 mesures nécessaires au calcul ( $d_{50}$ , masse volumique et angle). On constate de façon logique qu'un accroissement de la taille des particules réduit la fluidité. De même, des engrais anguleux, présentant un angle de talus élevé, s'écoule plus difficilement. Enfin, nous avons précédemment déjà mis en évidence la relation existant entre la fluidité et la masse volumique.

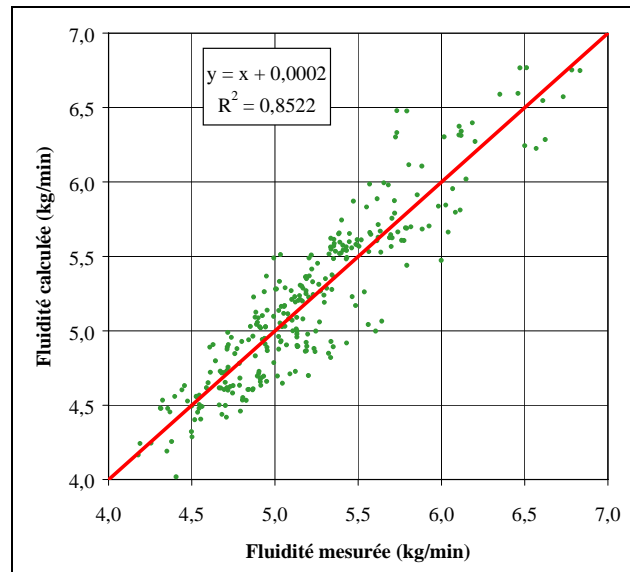


Figure 18. - comparaison des valeurs de fluidité mesurées et calculées (291 obs.).

Sur base des mesures morphométriques réalisées sur les matières premières utilisées pour les mélanges, nous avons également retrouvé une relation liant la fluidité aux valeurs de diamètre médian, de masse volumique et d'émoussé moyen. Le coefficient de détermination est également très bon (Figure 19).

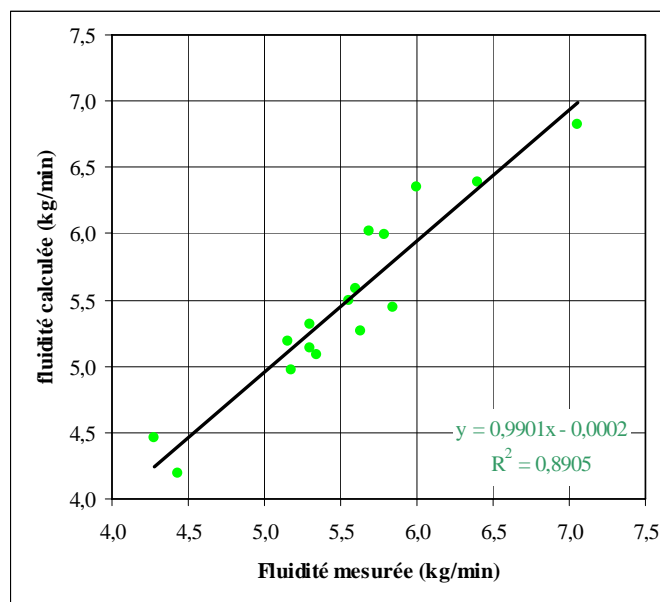


Figure 19. - comparaison des valeurs de fluidité mesurées et calculées (fct  $d_{50}$ , masse volumique et émoussé moyen).

La relation mise en évidence permet de contrôler rapidement les valeurs de fluidité mesurées sur base des autres mesures.

Lorsque l'on divise la valeur de la fluidité (en kg/min) par la masse volumique sans tassement divisée par 1.000, on obtient une valeur de fluidité exprimée en l/min. Bien que l'on pourrait penser obtenir une bonne corrélation entre la mesure de l'angle de talus et cette

fluidité, il n'en est rien (Figure 20). Les variations de fluidité (l/min) entre les différents engrais sont en fait fort réduites.

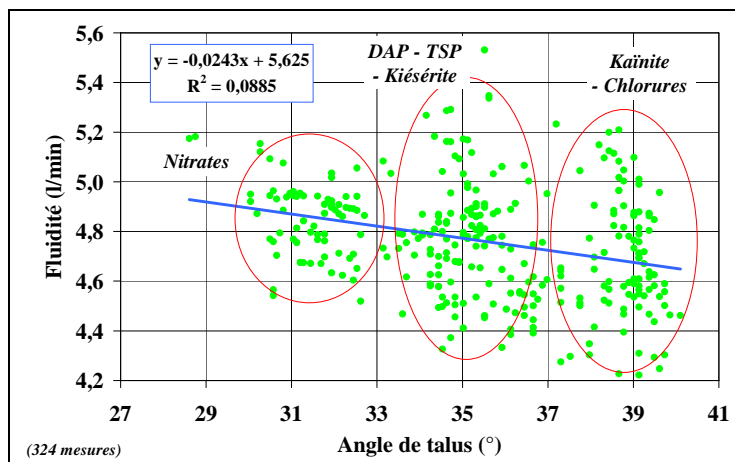


Figure 20. - Illustration de la relation angle de talus (°) - fluidité (l/min).

Par contre on observe une certaine relation de la fluidité exprimée en litre par minute et le pourcentage de grosses particules ( $d_{84}$  ou  $d_{90}$ ). Au plus ce dernier est élevé, c'est-à-dire au plus l'engrais présente une proportion marquée de grosses particules, au plus la fluidité se réduit (Figure 21). L'explication provient de la plus grande difficulté pour les grosses particules de passer par l'orifice d'écoulement dont le diamètre est de 25 mm.

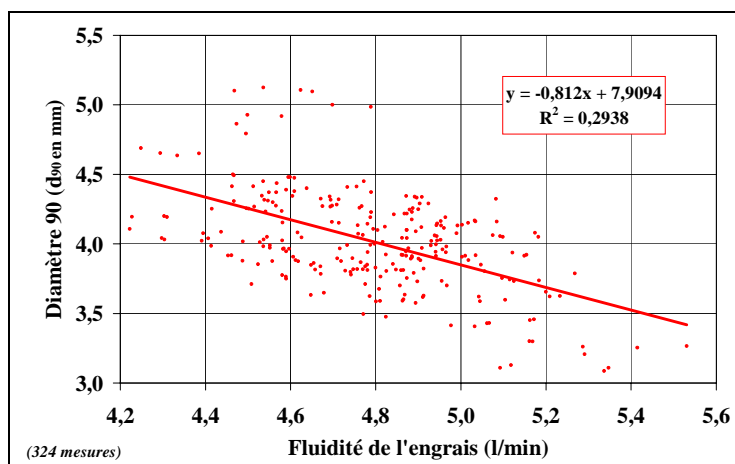


Figure 21. - Illustration de la relation fluidité (l/min) – diamètre 90 ( $d_{90}$ ).

Des mesures réalisées sur des échantillons d'un même engrais mais dont la granulométrie a été modifiée montrent que cette valeur de fluidité dépend bien du diamètre médian ( $d_{50}$ ). Les engrais utilisés pour ces tests ont un angle de talus compris entre 33 et 39° et des masses volumiques (sans tassement) allant de 850 à 1.400 kg/m<sup>3</sup>.

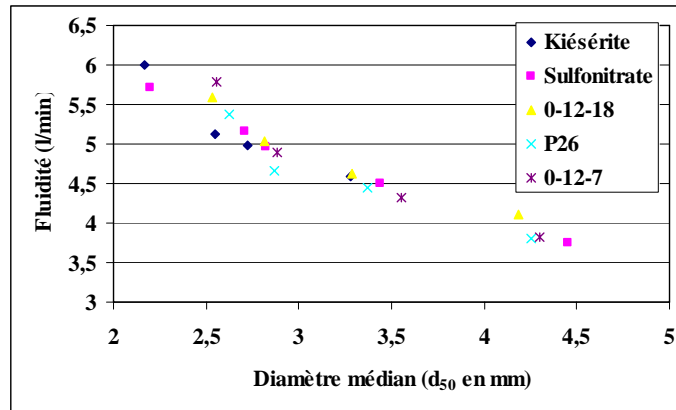


Figure 22. - Illustration de la relation fluidité (l/min) – diamètre médian ( $d_{50}$ ).

### 1.6. La forme

Les particules d'engrais peuvent présenter une forme proche d'une sphère ou être relativement irrégulière. La méthode de mesure traditionnelle consiste à mesurer l'angle de talus. Celui-ci donne une indication sur la forme des particules, plus sa valeur est faible plus la particule présente un aspect sphérique. Cependant, si cela autorise une distinction entre des produits très différents, cette mesure ne permet guère de distinguer des engrais plus semblables. En outre, la granulométrie peut avoir un effet sur la valeur de l'angle de talus. Les différences de forme entraînent des modifications de comportement sensibles entre les matériaux dont les autres caractéristiques peuvent être similaires.

La morphométrie, discipline qui s'occupe de la mesure de la forme, recourt soit à des méthodes physiques soit à des méthodes visuelles.

Dans le domaine des engrais, quelques firmes utilisent ce qu'elles appellent un coefficient de sphéricité. Quelques principes de mesure basés sur des méthodes physiques sont utilisés.

Le principe le plus répandu est celui du tablage qui consiste à laisser s'écouler une quantité donnée d'engrais sur un plan incliné et à recueillir la partie qui arrive au bout de ce plan. Le Cemagref utilise un plan incliné divisé en deux parties. Une première pente de 45%, longue de 115 mm suivie d'une seconde de 12% et longue de 600 mm (Figure 23). Il prélève 20 particules d'engrais et les place à 20 mm du bord supérieur de la rampe de lancement. Les grains sont libérés, ceux qui sortent du plan incliné sont récupérés. Ceux qui restent dessus sont replacés au point de départ et l'essai est ainsi recommencé deux fois de suite. Les particules restant sur l'appareil sont alors placées dans un récipient. On effectue le test avec environ 10 g d'engrais. Au terme, on pèse la quantité sortie du plan incliné et celle restée en place. Les grains peuvent être considérés comme sphériques lorsque 60% arrivent au bas du plan incliné.

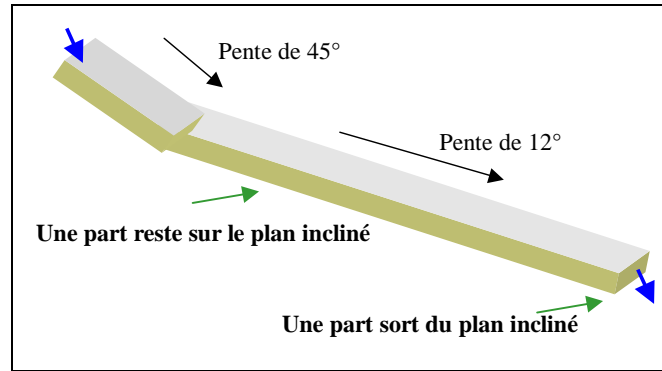


Figure 23. - Equipement de mesure de la sphéricité des particules (méthode de tablage).

Le tableau 5 reprend les résultats des premières observations réalisées avec le plan incliné. Trois engrais ont été testés, un nitrate, un chlorure de Potassium et un diamonophosphate. Les valeurs renseignées sont le pourcentage de grains (120 par engrais et classe granulométrique) qui se sont écoulés hors du plan incliné après les trois essais.

Tableau 5. - Résultats du test de sphéricité avec le plan incliné.

Dimension des particules	Nitrate d'ammoniaque	Chlorure de Potassium 60	Diamonophosphate
2 à 2,5 mm	78,3	0	28,3
2,5 à 3,15 mm	90,8	0	47,5
3,15 à 3,55 mm	93,3	0	52,5
3,55 à 4 mm	92,5	0	57,5
4 à 4,5 mm	87,5	0	62,5

On constate que pratiquement tous les nitrates s'écoulent hors du plan, tandis qu'aucun chlorure n'est parvenu à sortir de l'appareil. Le diamonophosphate a un résultat intermédiaire. Le système pourrait donc convenir pour des engrais « sphériques » mais ne paraît pas donner satisfaction pour des engrais anguleux. L'augmentation de la pente entraînerait la sortie de tous les grains sphériques. En outre, on constate que les résultats obtenus dépendent de la dimension des particules, notamment pour le diamonophosphate. La moindre proportion observée pour les nitrates de petite dimension est liée à la présence de particules cassées constituant une part de cette fraction granulométrique.

Un autre appareillage existant (Figure 24) consiste à laisser s'écouler de l'engrais sur un disque incliné et en rotation lente (16 tours par minute). Les particules les plus sphériques ont tendance à poursuivre leur trajectoire initiale sans trop dévier et sont collectées dans un récipient à la sortie du disque. Par contre, les particules les plus anguleuses sont beaucoup plus influencées par la rotation du disque et se dirigent vers un autre collecteur. La proportion en masse recueillie dans chaque récipient donne un renseignement sur la sphéricité de l'engrais. Pour éviter des erreurs dues à des différences de masse des particules, l'engrais doit être préalablement tamisé, une part seulement de l'engrais est alors prise en considération.

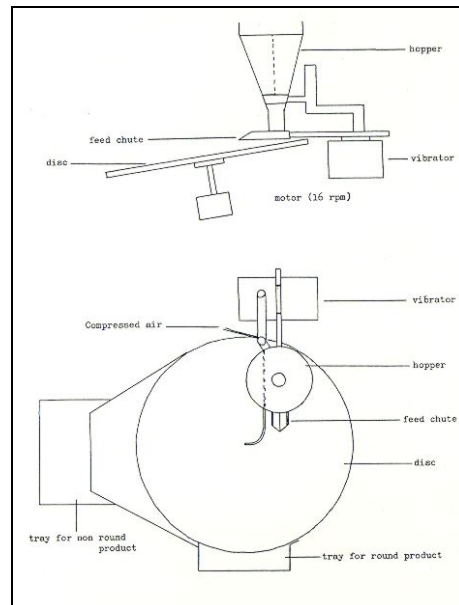


Figure 24. - Exemple d'appareillage pour l'appréciation de la sphéricité des particules d'engrais.

Les tables Delta utilisées notamment dans l'industrie des abrasifs, sont d'un principe très simple. Il s'agit d'un plan incliné soumis à des vibrations perpendiculaires à la direction de la plus grande pente. Les particules les plus aptes à rouler sont moins sensibles aux vibrations, les autres seront plus influencées par les oscillations et leur trajectoire en sera modifiée. Les paramètres de fonctionnement dépendent de la granulométrie.

Kuenen [1964] a développé un classificateur constitué d'un demi-cylindre incliné selon une pente de  $1,5^\circ$  et oscillant autour de son grand axe. Le produit est introduit à la partie haute du cylindre et recueilli à l'autre extrémité en fractions correspondant à un nombre donné d'oscillations. L'intervalle d'échantillonnage est inversement proportionnel à la dimension des particules. Cette méthode impose donc de sélectionner un échantillon d'éléments d'une dimension donnée.

D'autres dispositifs existent basés sur la sédimentologie mais ne peuvent évidemment pas être appliqués aux engrais.

La seconde voie pour approcher la forme des particules est de recourir à des méthodes visuelles. La majorité d'entre elles considèrent une géométrie bi-dimensionnelle obtenue par l'ombre projetée des particules. Ceci ignore donc l'épaisseur du granule mais autorise une très bonne approche du profil du contour. Parmi les techniques développées une part est empirique et spécifique à une utilisation précise, l'autre est mathématique. Cette dernière a malheureusement souvent tenté de résumer l'information en un seul paramètre. La recherche de corrélation avec certaines propriétés physiques devient alors plus difficile du fait de la perte d'une part de l'information. Pour ces raisons, Pirard [1994] propose une approche systématique en effectuant un découpage de l'information en une série de paramètres indépendants qui caractérisent la particule de façon globale ou locale. Il propose notamment les mesures d'allongement, de rugosité et d'émoussé.

La mesure de l'allongement est le rapport entre le petit et le grand axe de la particule. Ceci est obtenu soit par le biais de la mesure de la projection (diamètre de Fèret), soit par le biais du calcul des moments principaux d'inertie. La notion de rugosité renseigne l'importance des aspérités par rapport à la partie lisse de la particule. Par contre l'émoussé s'intéresse à caractériser ces aspérités. Enfin, avec le développement des capacités informatique et d'acquisition, les systèmes d'analyse d'image offrent des perspectives nouvelles. En effet, les autres techniques considèrent généralement le matériau dans son ensemble tandis que

l'analyse d'image prend chaque particule isolément. En outre elles offrent la possibilité de combiner les mesures dimensionnelles des granules.

Le développement de mesures morphométriques sensibles et pertinentes basées sur les techniques d'analyse d'images ouvre la voie à une meilleure compréhension des mécanismes de compaction, de ségrégation ou d'écoulement qui régissent le comportement des engrais.

Chaque matière première utilisée pour fabriquer les mélanges a fait l'objet de mesures physiques classiques et d'une caractérisation par analyse d'images. Les mesures classiques sont la granulométrie, l'angle de talus, la fluidité et les masses volumiques sans et avec tassement.

La prise d'image a été réalisée par ombroscopie. Pour ce faire, les particules d'engrais préalablement dispersées sur des lames de verre ont été placées devant une source lumineuse diffuse (tube fluorescent couvert d'un plastic opalescent). La caméra vidéo digitale (1300×1024 pixels) utilisée pour la prise d'images était équipée d'un objectif macro de 50mm. Le grossissement choisi a engendré une résolution de 1 pixel pour 36,06µm. Soit une représentation digitale de l'ordre de 3500 pixels pour une particule de 2,5 mm de diamètre ce qui permet une bonne estimation de ses propriétés morphométriques. La binarisation de l'image est effectuée avec un seuil fixe étant donné que les conditions d'éclairage sont stables. Le nombre de particules mesurées par lot est de minimum 2000, ce qui permet de restreindre suffisamment l'intervalle de confiance autour de la moyenne, tant pour les distributions granulométriques que morphométriques.

#### **1.6.1. Mesures granulométriques**

Avant de procéder à toute mesure, les particules de moins de 100 pixels de superficie (soit celles dont le diamètre est inférieur à 0,4 mm environ) et celles qui interceptent le bord d'image sont automatiquement éliminées.

Les dimensions de chaque particule sont estimées par la méthode des moments d'inertie qui offre une excellente robustesse face aux conditions d'acquisition et permet l'estimation des grand axe, petit axe, orientation et allongement de l'ellipse d'inertie équivalente à la particule. Les données d'orientation peuvent permettre de recalculer précisément les diamètres de Feret, mais cela n'a pas été jugé indispensable dans le cas présent étant donné l'identité pratiquement parfaite entre les mesures par diamètre de Feret et par moment d'inertie sur des particules quasi-convexes comme les granules d'engrais.

Le petit diamètre de l'ellipse d'inertie équivalente ( $D_b$ ) est utilisé comme estimateur de la maille de tamis. Ceci est physiquement pertinent dans le cas de la prise d'images de particules au repos sur un plan perpendiculaire à l'axe d'observation. D'autres estimateurs de la taille tel que le diamètre du disque d'aire équivalente ( $D_{Eq}$ ) sont calculés à titre complémentaire. Afin de permettre le passage d'une granulométrie en nombre à une granulométrie en mesure, le volume individuel de chaque particule est estimé.

#### **1.6.2. Mesures morphométriques**

Outre la mesure d'allongement (EI) estimée par le rapport des axes de l'ellipse d'inertie équivalente. Des mesures d'éroulé et de rugosité de particules ont été effectuées. Pratiquement le logiciel extrait le contour interne en huit-connexité de chaque particule et procède à sa vectorisation. L'image binaire est ensuite transformée par la fonction distance holodisque qui associe à chaque point image de la particule la valeur de sa plus courte distance au contour et l'arrondit à l'entier immédiatement inférieur. Cette fonction distance sert de support à un algorithme de progression capable d'identifier l'ensemble des disques maxima entiers inscrits dans l'objet (ensemble de tous les ouverts au sens de la morphologie mathématique). Le calyptré est le descripteur vectoriel résultant de cette procédure. Il contient l'information relative à chaque point de contour et aux caractéristiques du disque maximum tangent en ce point. Ce descripteur contient en réalité l'information relative au squelette euclidien de la particule. Plusieurs descripteurs morphométriques ont été



développés au départ de ce descripteur, parmi lesquels la notion d'émoussé semble la plus pertinente pour les matériaux granulaires soumis à des manipulations mécaniques. Un émoussé de 100% correspond à un disque parfait et cette valeur décroît avec la rugosité.

### 1.6.3. Résultats

L'ensemble des matières premières utilisées pour les mélanges ont été traitées tant par les techniques traditionnelles que par celle d'analyses d'images, de même pour les échantillons prélevés au cours des manipulations des mélanges. Actuellement la comparaison et l'exploitation des mesures ne portent que sur les premiers échantillons de matières premières testées.

Les mesures effectuées sur ces engrais par les techniques traditionnelles et par analyse d'image sont reprises dans les tableaux 6 et 7.

Tableau 6. - Résultat des mesures des propriétés physiques des engrais : méthodes traditionnelles ( $\alpha$  : angle de talus; F: fluidité;  $\rho$  : masse volumique;  $\rho_t$  : masse volumique après tassement;  $d_x$  : maille de tamis correspondant au percentile x%).

Lot	Type	Teneurs	$\alpha$	F	$\rho$	$\rho_t$	$d_{10}$	$d_{16}$	$d_{50}$	$d_{84}$	$d_{90}$
		(N-P-K)	(°)	kg/min	kg/m <sup>3</sup>	kg/m <sup>3</sup>	(mm)				
3	NPK	14-7-21	33,1	5,34	1048,59	1102,85	2,75	2,92	3,48	4,03	4,25
4	NK	16-0-31	33,7	5,30	1018,36	1076,74	2,49	2,57	2,95	3,61	3,84
5	NPK	5-14-28	33,2	5,60	1134,49	1195,13	2,71	2,85	3,38	3,92	4,08
12	NP	12-54-0	33,6	5,18	974,16	1032,52	2,53	2,58	2,88	3,28	3,53
13	Oligolith	0-0-0	34,1	6,40	1280,80	1354,40	2,67	2,79	3,42	4,23	4,46
18	NP	18-46-0	35,9	4,28	910,40	967,52	2,58	2,67	3,17	3,82	3,97
21	PK	0-14-18	33,2	6,00	1335,06	1399,55	3,00	3,27	4,21		
22	N	26-0-0	35,8	4,43	869,39	928,34	2,55	2,64	3,16	3,99	4,25
23	K	0-0-11	38,3	5,79	1182,68	1260,03	1,44	1,57	2,53	3,97	
15	PK	0-12-18	34,6	5,85	1099,83	1167,68	2,47	2,57	3,00	3,69	3,91
20	K	0-0-60	37,4	5,16	1068,20	1144,12	2,01	2,22	3,11	4,08	4,33
2	N	27-0-0	30,9	5,64	1050,76	1097,90	2,32	2,56	3,31	3,93	4,10
33	N	20-0-0	30,9	5,56	1107,90	1161,85	2,78	2,96	3,49	3,95	4,10
30	PK	0-15-30	35,7	5,30	1078,34	1147,47	2,50	2,61	3,21	4,02	4,28
7	PK	0-12-7	35,1	5,69	1224,68	1295,07	2,69	2,84	3,49	4,14	4,34
35	kiésérite	0-0-0	34,1	7,06	1322,34	1399,83	2,18	2,34	2,88	3,58	3,86

Tableau 7. - Résultat des mesures des propriétés granulo-morphométriques des engrais par analyse d'images ( $D_{Eq}$  : Diamètre du disque d'aire équivalente;  $D_b$  : petit axe de l'ellipse d'inertie équivalente; Vol : volume de l'ellipsoïde de rotation équivalent; EI : Allongement de l'ellipse d'inertie équivalente; Wv émoussé équivalent).

Lot	Type	$D_{Eq}$	$D_b$	Vol	EI	Wv
		mm	mm	mm <sup>3</sup>		
3	NPK	3,440	3,230	24,500	0,879	0,675
4	NK	3,067	2,862	15,900	0,864	0,633
5	NPK	3,629	3,370	26,030	0,855	0,660
12	NP	2,135	1,970	9,342	0,862	0,664
13	Oligolith	2,138	2,103	15,452	0,830	0,692
18	NP	3,821	3,469	29,366	0,816	0,641
21	PK	4,734	4,395	57,333	0,860	0,758
22	N	4,183	3,733	40,221	0,787	0,592
23	K	3,397	2,975	26,480	0,738	0,382
15	PK	3,590	3,295	25,620	0,829	0,520
20	K	4,106	3,582	40,393	0,738	0,484
2	N	2,847	2,698	15,469	0,900	0,759
33	N	3,693	3,472	27,065	0,884	0,765
30	PK	2,134	1,930	12,359	0,821	0,604
7	PK	3,318	3,032	23,733	0,831	0,655
35	kiésérite	1,956	1,770	8,916	0,822	0,627

Les propriétés morphométriques, mettent en évidence une relation très nette avec la mesure de l'angle de talus (Figure 25). Les engrais ayant l'angle de talus le plus faible sont également ceux qui sont les plus sphériques (émoussé Wv le plus élevé) et ce malgré des différences sensibles en termes de granulométrie.

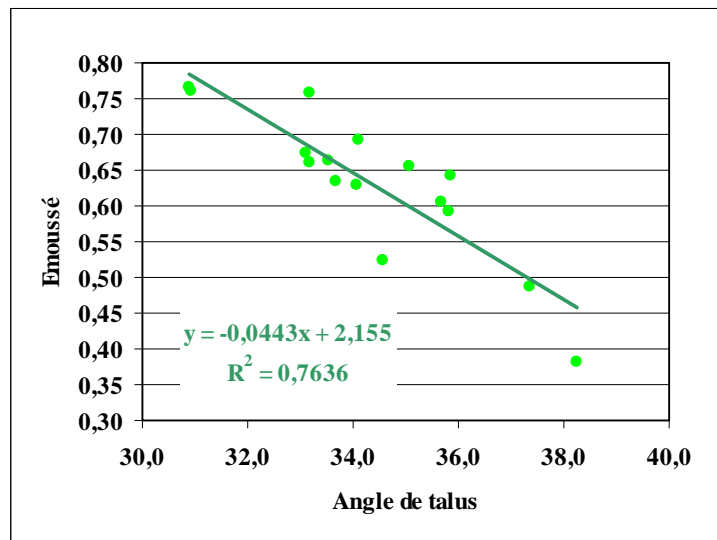


Figure 25. - Relation entre l'émoussé moyen et l'angle de talus. La forme des particules l'emporte sur la mesure granulométrique.

Les mesures morphométriques mises en correspondance avec les valeurs de masses volumiques avant ou après tassement ne révèlent pas de corrélation significative. En revanche, la corrélation est plus prononcée lorsque l'incrément de masse volumique (%)

généralisé par le tassement est mis en regard tant des valeurs d'allongement de l'ellipse d'inertie équivalente que des valeurs d'éroussé (Figure 26).

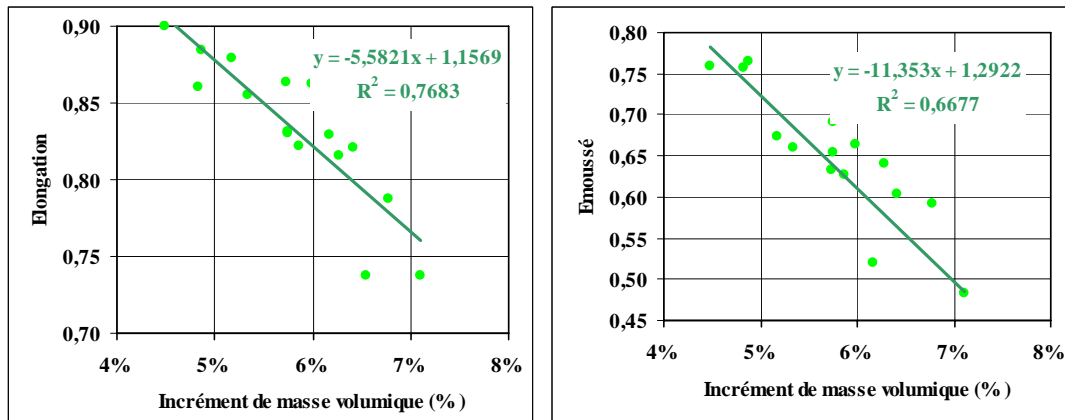


Figure 26. -Corrélation entre l'incrément de masse volumique et les valeurs moyennes d'allongement ou d'éroussé.

Ceci confirme que les particules les plus sphériques ne peuvent se réorganiser beaucoup plus suite aux vibrations contrairement aux particules rugueuses et allongées.

Les valeurs de fluidité exprimées en kg/min, peuvent être converties en l/min après division par la masse volumique sans tassement. Les engrais examinés indiquent une très faible variation de cette fluidité et ne permettent pas de dégager une corrélation nette avec les valeurs d'éroussé contrairement aux observations faites sur des sables. Il s'avère que la dimension  $d_{90}$  de chaque engrais est un paramètre corrélé négativement avec la fluidité, ce qui laisse envisager que l'ouverture réduite de l'entonnoir utilisé (25mm) est la principale entrave à la fluidité.

### 1.7. Caractéristiques physiques des principales matières

En Belgique, le nombre de composants utilisés couramment pour les mélanges reste limité. Chaque produit présente des caractéristiques particulières, il est important de les connaître avant de réaliser l'expérimentation car un choix devra être réalisé pour certains tests.

Le tableau 8 reprend les caractéristiques des principales matières premières rencontrées chez les fabricants.

Tableau 8. - Caractéristiques physiques des matières premières rencontrées (moyenne et écart type).

Matières	Nb val	Diamètre (mm)						Fluidité (kg/min)	Angle de talus (°)	Masse volumique		Dureté	
		10	16	50	84	90	GSI			ST	AT	(N)	(mm)
Nitrate 27%	52	2,84	3,09	3,64	4,14	4,29	14,4	5,13	31,41	1045	1088	59	3,47
	$\sigma$	0,25	0,22	0,15	0,14	0,12	2,78	0,19	0,98	18	17	12,5	0,09
Nitrate 22%	8	3,02	3,13	3,61	4,11	4,30	13,7	5,38	31,82	1110	1152	83	3,50
	$\sigma$	0,23	0,22	0,17	0,18	0,19	2,71	0,10	0,88	5	6	16,9	0,08
Triple super phosph.	22	2,35	2,52	3,14	3,91	4,17	22,2	4,86	35,82	1042	1096	44	3,55
	$\sigma$	0,19	0,16	0,17	0,20	0,23	1,93	0,22	1,07	18	30	7,8	0,14
Phosphate naturel	6	2,32	2,50	2,97	3,62	3,86	18,9	5,42	34,97	1124	1190	56,9	3,55
	$\sigma$	0,12	0,08	0,08	0,12	0,10	0,60	0,10	0,38	12	16	14,2	0,12
Chlorure de pot. 60	46	2,24	2,46	3,19	4,00	4,22	24,0	5,02	38,82	1066	1139	39	3,68
	$\sigma$	0,22	0,17	0,17	0,19	0,19	2,51	0,33	0,58	21	22	9,5	0,16
Chlorure de pot. 40	6	2,21	2,44	3,43	4,52	4,87	30,5	4,84	38,16	1103	1184	56	3,85
	$\sigma$	0,15	0,21	0,17	0,14	0,11	3,00	0,19	1,11	4	7	5,2	0,12
Sulfate de potasse	2	2,04	2,17	2,88	3,74	3,93	27,3	6,60	38,49	1289	1378	49	3,77
Kaïnite	40	1,42	1,80	2,77	4,21	4,65	43,6	5,61	39,01	1181	1257	47	3,49
	$\sigma$	0,21	0,20	0,15	0,20	0,17	3,18	0,28	0,50	15	18	5,0	0,14
Diamonophosphate	52	2,28	2,44	3,02	3,65	3,83	20,0	4,66	35,62	958	1013	79	3,62
	$\sigma$	0,31	0,26	0,25	0,26	0,25	2,12	0,34	0,72	20	26	10,3	0,11
Kiésérite	14	2,72	2,91	3,62	4,40	4,66	20,6	6,12	35,09	1308	1368	41	3,57
	$\sigma$	0,27	0,30	0,37	0,43	0,45	2,04	0,53	0,72	36	42	17,1	0,07
Dolomie	6	2,64	2,90	3,94	4,85	5,06	24,7	6,11	33,77	1307	1354	36	3,53
	$\sigma$	0,13	0,16	0,27	0,33	0,25	3,70	0,37	0,44	47	48	9,7	0,11
Patenkali 18-26-0	4	2,06	2,23	3,07	4,23	4,56	32,6	5,44	37,43	1144	1215	91	3,57
	4	2,99	3,21	3,74	4,20	4,34	13,2	4,98	31,43	1091	1145		

Les nitrates d'ammoniaque à 27 % et nitrates 22 % se présentent sous forme de granules sphériques avec un angle de talus relativement faible (31,5°) et avec un diamètre médian de l'ordre de 3,65 mm. Leur courbe granulométrique est peu étalée.

Le diamonophosphate se caractérise par des particules sphériques mais de petites dimensions (diamètre médian de 3 mm) ainsi que par une masse volumique plus faible que tous les autres composants (959 kg/m<sup>3</sup>), ce qui explique une fluidité peu élevée. Leur dureté est généralement assez élevée.

Les chlorures de Potassium (40 et 60 %) ont des particules fortement anguleuses, ce qui se traduit par un angle de talus élevé (près de 39°). Ils se distinguent également par une dureté statique réduite d'environ 40 N en moyenne. Leur courbe granulométrique présente un diamètre médian de 3,2 mm et une courbe légèrement plus étalée que celle des nitrates.

La kaïnite magnésienne se distingue des autres matériaux par une courbe granulométrique très étalée et par un petit diamètre médian (2,8 mm). L'angle de talus est également élevé.

Les triples superphosphates présentent une granulométrie similaire à celle des chlorures. Mais les particules sont ici plus sphériques et l'angle de talus est inférieur (36°).

Parmi les autres matières, on peut citer les engrais calcaires granulés qui ont une masse volumique très élevée (1.300 kg/m<sup>3</sup>) et des particules assez grosses (diamètre médian de l'ordre de 4 mm). Leur manipulation provoque également un important dégagement de poussières et la dureté des particules reste limitée.

## 2. ANALYSE DE LA SEGREGATION LORS DES ECOULEMENTS

Les tests utilisés simulent des écoulements tels qu'ils se rencontrent dans la pratique pour le remplissage et de la vidange de la remorque. Un essai préalable est cependant réalisé en laissant s'écouler l'engrais sur une plaque plane.

### 2.1. Ecoulement sur la plaque

Le mélange étant terminé, la trappe de vidange est ouverte et l'engrais s'écoule sur une plaque plane afin de former un tas conique. Les échantillons sont alors prélevés au sein du tas. On n'observe que peu d'écarts entre les granulométries des différents échantillons issus des sondages dans le tas. Cependant, la teneur en particules de moins de 1,4 mm est systématiquement plus élevée pour l'échantillon provenant du centre. Ces fines « percolent » aisément entre les grains de dimensions supérieures et s'accumulent au centre du cône.

La formation du talus est le résultat d'une succession d'avalanches, l'engrais tombe du mélangeur, s'accumule pendant un court instant au sommet du tas et une avalanche s'ensuit.

Le tableau 9 reprend les valeurs des teneurs en particules de moins de 1,4 mm pour le mélange et les échantillons du centre et du bord aux deux niveaux.

Tableau 9. - Teneur en particules de moins de 1,4 mm du mélange et des échantillons prélevés sur la plaque.

N° mél	Teneur en particules < 1,4 mm (% en masse)							
	Mélange	Bord inf	Inter inf	Milieu inf	Ecart (mil-bord)	Bord sup	Mil sup	Ecart (mil-bord)
9	0,19	0,17	0,80	1,80	1,63	0,57	1,48	0,92
10	0,30	0,04	0,14	1,25	1,21	0,25	0,82	0,57
11	0,77	0,15	0,75	6,87	6,72	1,12	3,60	2,48
12	0,21	0,08	0,55	1,62	1,54	0,28	2,27	2,00
13	0,29	0,03	0,49	1,53	1,51	0,53	1,40	0,87
14	6,10	1,05	10,02	22,94	21,90	17,49	32,04	14,54
15	0,42	0,09	0,81	1,69	1,60	0,73	1,77	1,03
16	0,43	0,14	0,60	1,73	1,59	0,45	1,64	1,19
17	0,38	0,08	0,48	1,27	1,19	0,46	1,29	0,83
18	0,09	0,03	0,13	0,22	0,19	0,04	0,11	0,07
19	0,74	0,16	0,98	3,97	3,80	0,24	0,96	0,73
20	0,87	0,16	0,88	1,54	1,38	1,36	2,43	1,07
21	(10,55)	Non mesurée						
22	5,83	5,75	16,54	18,09	10,79	9,29	17,89	8,60
23	(0,03)	Non mesurée						
24	0,04	0,01	0,10	0,13	0,12	0,09	0,15	0,06
25	0,02	0,03	0,06	0,08	0,06	0,04	0,11	0,08
26	0,09	0,05	0,08	0,12	0,08	0,06	0,12	0,06
27	0,62	0,23	1,38	3,43	3,20	0,26	0,70	0,44
<b>Moyenne</b>	<b>1,02</b>	<b>0,48</b>	<b>2,05</b>	<b>4,02</b>	<b>3,54</b>	<b>1,96</b>	<b>4,05</b>	<b>2,09</b>

On constate que les échantillons du centre du tas contiennent la proportion la plus importante de fines, de l'ordre de 4 fois la teneur initiale du mélange. Par contre l'engrais

provenant de la zone inférieure du bord du tas ne contient pratiquement pas de petites particules, la teneur y étant deux fois moindre que celle du mélange.

## 2.2. Le remplissage de la remorque

Le test de remplissage de remorque peut paraître similaire à celui de la plaque. L'engrais va s'écouler du mélangeur et former un tas. La différence provient du fait que la zone de bord de tas est plus importante en quantité et peut donc faire l'objet d'un sondage spécifique.

Deux échantillons ont été prélevés :

- l'un est le résultat de 3 sondages dans la partie centrale du tas
- l'autre est le produit de 2 sondages (gauche et droite) à 10 cm de la paroi de la remorque.

Pour l'ensemble des mélanges réalisés, on observe que les particules les plus grosses se retrouvent préférentiellement en périphérie du chargement.

Pour chaque mélange, l'écart des diamètres médians des deux échantillons prélevés a été calculée. Cette valeur ainsi déterminée est d'autant plus grande que les échantillons présentent une granulométrie différente et donc une ségrégation poussée.

La figure 27 illustre la relation existant entre cet écart et la dispersion granulométrique ( $d_{84}-d_{16}$ ) du mélange. Au plus la courbe granulométrique est étalée, c'est-à-dire au plus les particules sont de dimensions différentes, au plus l'écart entre les deux échantillons prélevés est important. Sur base de la relation mise en évidence, il apparaît qu'une dispersion granulométrique de 1 mm devrait conduire à des échantillons de granulométrie pratiquement identique. Signalons que cela correspond à une valeur de GSI (Granulometric Spread Index) de l'ordre de 14 à 17 selon la valeur de diamètre médian.

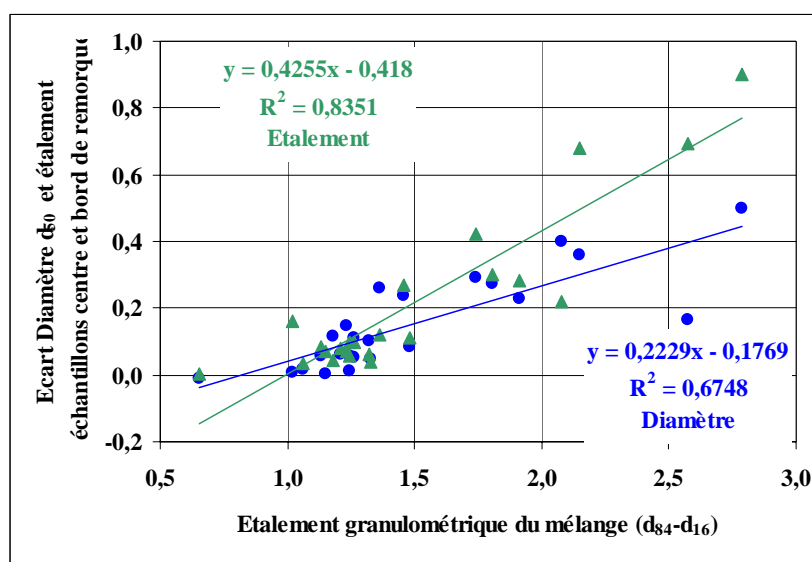


Figure 27. - Influence de l'étalement granulométrique sur l'écart de  $d_{50}$  ou d'étalement entre les deux échantillons prélevés dans la remorque.

De même que pour la plaque, les échantillons prélevés au centre du tas présentent une teneur en fines ( $< 1,4$  mm) supérieure aux échantillons provenant du bord et à la teneur moyenne du mélange (Tableau 10). Ainsi l'échantillon provenant du centre du chargement de la remorque présente une teneur en fines environ deux fois plus importante. Par contre, l'échantillon du bord ne contient pratiquement qu'un dixième du pourcentage de fines du mélange (moyenne des teneurs des composants).

Tableau 10. - Valeurs de teneur en particules de moins de 1,4 mm pour le mélange et les échantillons prélevés dans la remorque.

N° mél	Teneur en particules < 1,4 mm (% en masse)		
	Mélange	Centre remorque	Bord remorque
9	0,2	0,6	0,0
10	0,3	1,1	0,0
11	0,8	1,1	0,1
12	0,2	2,9	0,2
13	0,3	0,7	0,0
14	6,1	11,5	0,3
15	0,4	1,0	0,1
16	0,4	2,0	0,1
17	0,4	0,8	0,1
18	0,1	0,2	0,0
19	0,7	2,0	0,1
20	0,9	1,5	0,1
21	10,6	12,8	1,5
22	5,8	10,5	0,7
23	0,0	0,2	0,0
24	0,0	0,1	0,0
25	0,0	0,2	0,0
26	0,1	0,1	0,0
27	0,6	1,3	0,1
<b>Moyenne</b>	<b>1,47</b>	<b>2,66</b>	<b>0,18</b>

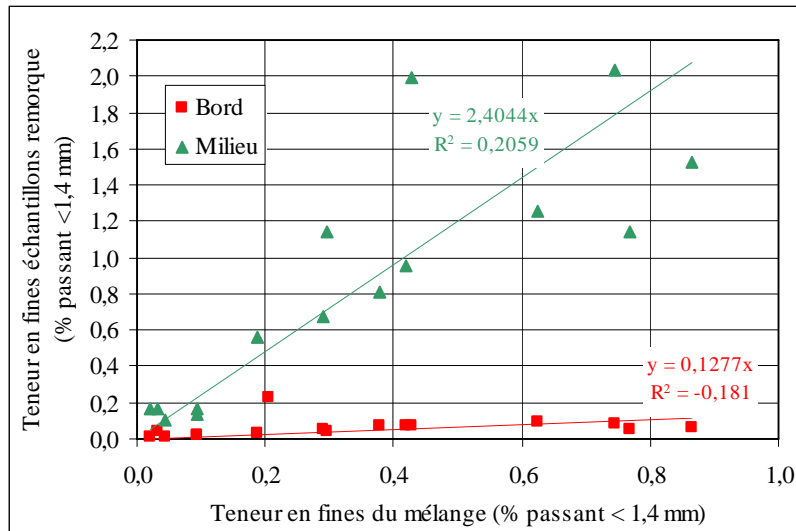


Figure 28. - Relation entre la teneur en fines du mélange et celle des échantillons prélevés dans la remorque.

### 2.3. La vidange de la remorque

Ce test consiste simplement à vider la remorque par la trappe prévue à cet effet. Ce système est en effet le plus fréquent pour le remplissage du distributeur d'engrais. Au minimum trois échantillons sont prélevés au cours de la vidange.

La ségrégation granulométrique est très marquée. La partie centrale du contenu sort en premier avec une majorité de petites particules, ensuite vient l'engrais présent sur les bords de la remorque avec des particules nettement plus grosses. La corrélation entre l'écart

existant entre les courbes granulométriques des échantillons prélevés à la vidange de la remorque et la dispersion granulométrique du mélange est très bonne (Figure 29 et Figure 30).

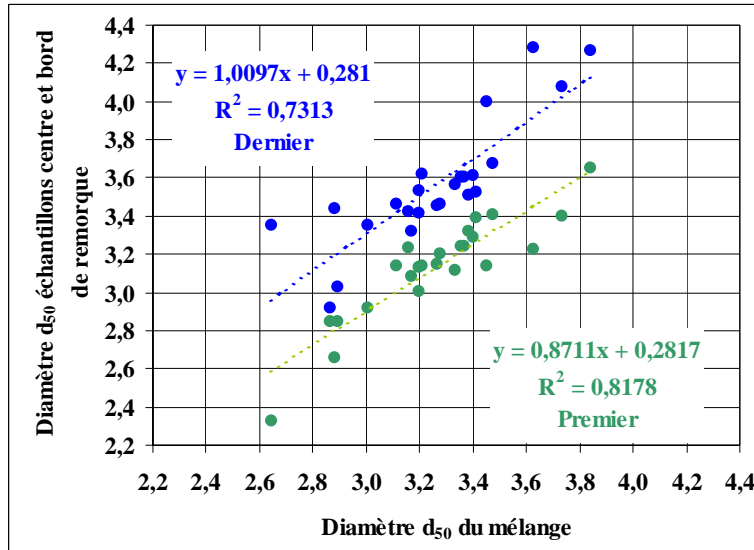


Figure 29. - Diamètre médian des échantillons prélevés lors de la vidange de la remorque en fonction du diamètre médian du mélange.

Selon la relation mise en évidence, la dispersion granulométrique devrait être limitée à 0,7 mm afin de ne pas observer de ségrégation selon la taille des particules. Le mélange doit avoir un GSI de l'ordre de 10 à 13 pour présenter un risque de ségrégation nul.

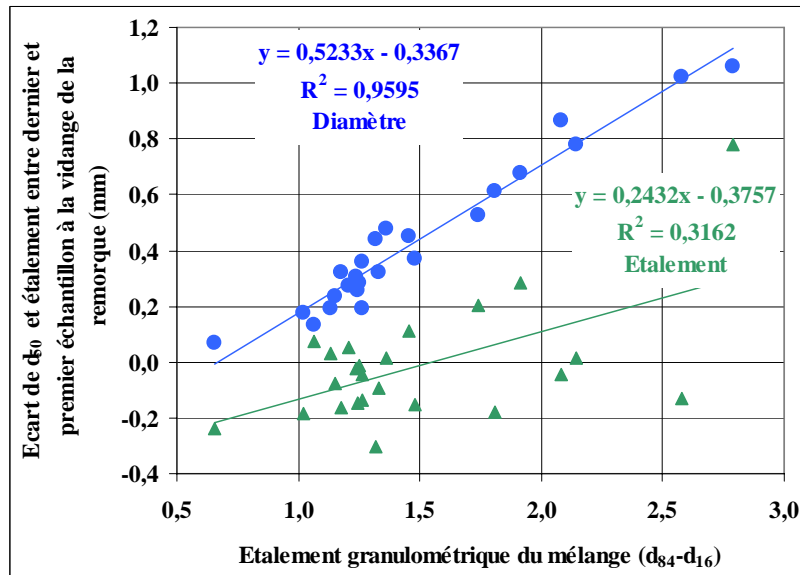


Figure 30. - Relation entre l'étalement granulométrique du mélange et la différence de d<sub>50</sub> ou d'étalement entre le premier et le dernier échantillons à la vidange de la remorque.



Les échantillons prélevés lors de la vidange ont fait l'objet d'une analyse chimique afin de déterminer les proportions de chaque matière première dans l'échantillon (Tableau 11).

Tableau 11. - Composition des échantillons prélevés en vidange de remorque (proportion de chaque matière première).

N° mélange	Premier échantillon		Dernier échantillon		Ecart (50/50)
	Matière 1	Matière 2	Matière 1	Matière 2	
9	50,5	49,5	41	59	19
10	51	49	51	49	4
11	45	55	67	33	44
12	44	56	59	41	30
13	46	54	63	37	34
14	53	47	42	58	22
15	52	48	50	50	4
16	42	58	63	37	42
17	47	53	55	45	16
18	50	50	46	54	8
19	54	46	65	35	38
20	50	50	48	52	4
22	63	37	30	70	66
23	53	47	47	53	12
25	46	54	50	50	8
26	46	54	57	43	22
27	51	49	52	48	6
28	51	49	54	46	10
29	52	48	51	49	6
30	48	52	59	41	22
31	48	52	59	41	22

On constate que la ségrégation granulométrique s'est accompagnée d'une ségrégation des deux composants du mélange, ce qui se traduit par une variation de la composition chimique du mélange. Cette ségrégation est proportionnelle à l'écart de dimension entre les composants et notamment à l'écart de  $d_{10}$ ,  $d_{16}$  et  $d_{50}$ .

### 3. TESTS DE SÉGRÉGATION DE LABORATOIRE

#### 3.1. Lors de l'écoulement dans la cellule de Hele Shaw

Une cellule de Hele Shaw a été construite. Son remplissage se fait à l'aide de 2 kg de mélange d'engrais en utilisant l'entonnoir servant à la mesure de la fluidité. La boîte offre la possibilité d'ouvrir la paroi verticale contre laquelle s'appuie le tas d'engrais. Cela provoque une division du tas en 2 parts pratiquement égale en masse. Une analyse granulométrique de chacune est ensuite effectuée.

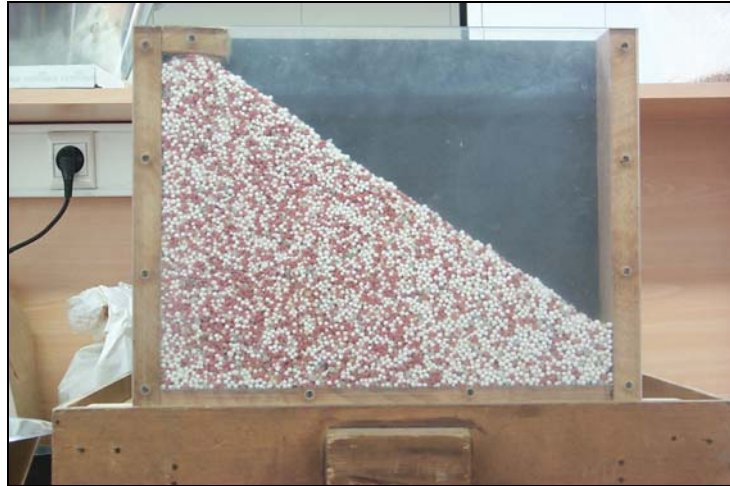


Figure 31. - Illustration de la cellule utilisée pour les engrais.

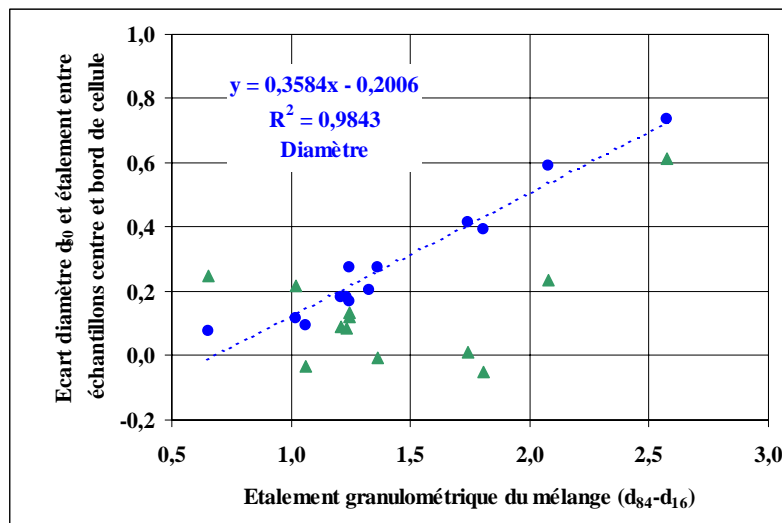


Figure 32. - Différences granulométriques entre échantillons provenant de la cellule Hele Shaw en fonction de l'étalement granulométrique du mélange.

On observe une relation claire entre la ségrégation granulométrique opérée au cours de l'écoulement dans la cellule en fonction de l'étalement granulométrique de l'engrais au départ. On assiste à une concentration des plus petites particules contre la paroi verticale directement sous le flux tandis que les plus grosses roulent plus loin. Par contre, il ne paraît pas y avoir de lien entre la différence d'étalement entre échantillons et l'étalement du produit introduit dans la cellule. Tout comme pour le test de ségrégation lors de la vidange de la remorque, l'étalement ne devrait pas dépasser la valeur seuil de 0,7 mm.

### 3.2. lors de vibrations : la percolation

Le risque lié au transport est la percolation des fines particules au travers des plus grosses. Elles s'accumulent alors à la base du tas. Il est important de connaître à partir de quel rapport de dimension entre petites et grosses particules, la percolation devient problématique. Un dispositif expérimental simple a donc été conçu (Figure 33). Un volume de 2 litres d'engrais dont les grains ont une dimension bien précise et connue est placé dans un cylindre de 20 cm de diamètre lui-même placé sur un tamis de 2,5 mm. L'engrais est vibré légèrement afin que les particules se mettent en place. Ensuite 100 g de fines

particules sont placées sur ce lit de fertilisant. La répartition granulométrique des fines est la suivante :

- 25 g de 0 à 0,5 mm
- 25 g de 0,5 à 1 mm
- 25 g de 1 à 1,4 mm
- 25 g de 1,4 à 2 mm

Le tout est vibré avec une accélération de 1 g ou de 1,5 g. Les fines percolent, traversent le tamis et sont récupérées dans un réceptacle placé en dessous. A différents intervalles de temps, on interrompt les secousses pour vider le réceptacle. Les fractions recueillies sont pesées et leur répartition granulométrique est déterminée par tamisage.

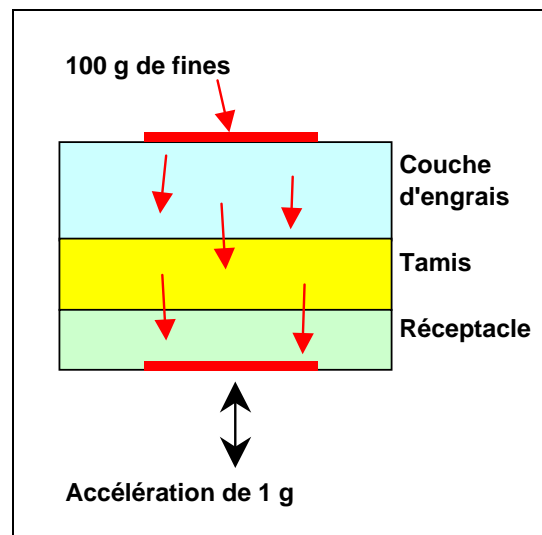


Figure 33. - Dispositif expérimental pour le test de percolation.

Il est possible de connaître la proportion de fines qui ont traversé la couche d'engrais en fonction du temps et de leur dimension. Deux types d'engrais différents par leur forme ont été utilisés, le nitrate d'ammoniaque sphérique et le chlorure de potasse anguleux.

Les résultats des tests montrent que pour des accélérations de l'ordre de 1 g, la percolation reste limitée même avec des particules de grande dimension. Dans le cas du lit de chlorure de potasse, il n'y a pratiquement pas de passage de fines. On a récolté moins de 0,3 g de fines après une heure sur un lit de particules de 3,55 à 4 mm.

Pour le nitrate, au plus le rapport entre la dimension des fines et du lit de particules est grand, au plus rapide est la percolation. Ainsi pour le lit de nitrate selon que la dimension des particules est. On a cependant constaté que les poussières de dimension inférieure à 0,5 mm peuvent avoir tendance à adhérer légèrement aux autres particules. Une partie de ces fines reste dans le lit de particules.

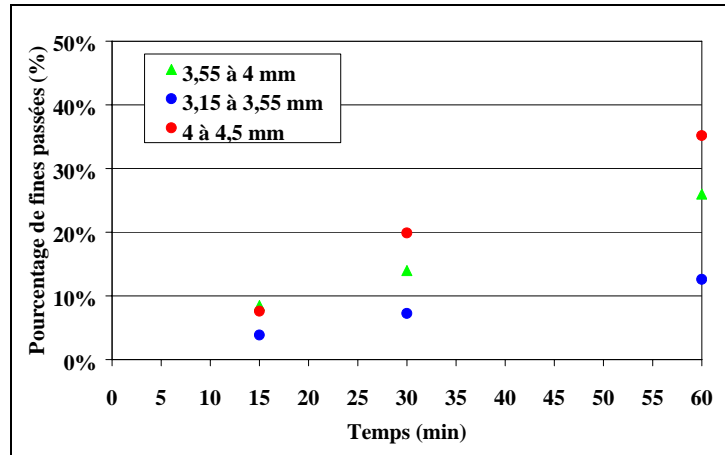


Figure 34. - Pourcentage de fines après percolation en fonction du temps (accélération de 1g).

Par contre dès que l'on augmente les caractéristiques des vibrations, le phénomène s'accélère très vite (Figure 35). Avec des vibrations de l'ordre de 1,4 à 1,5 g, on récupère pratiquement la totalité des fines particules.

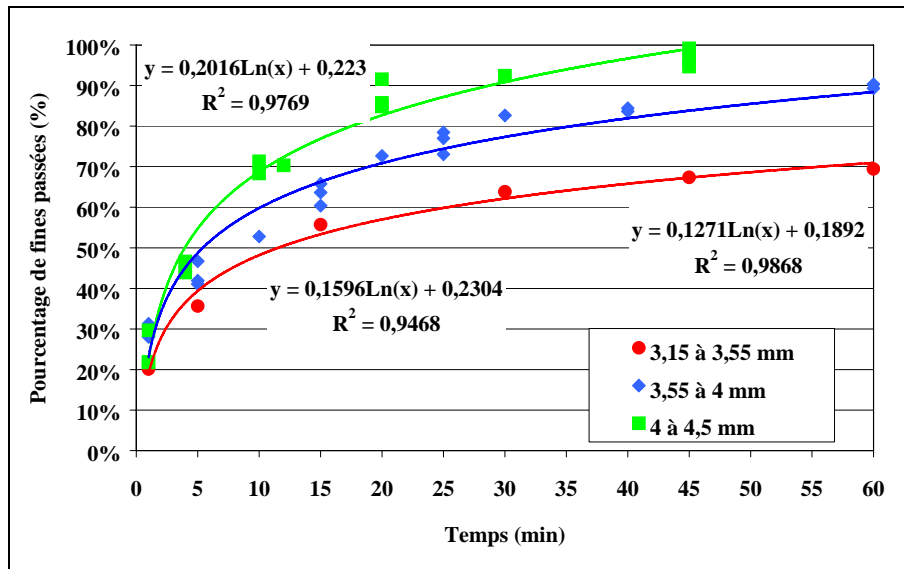


Figure 35. - Pourcentage de percolation en fonction du temps et de la taille du lit de grosses particules (accélération 1,5 g).

Sur base des mesures réalisées, il nous est possible de déterminer pour diverses durées de secousses le pourcentage de particules ayant traversé le lit en fonction du rapport (D/d) entre la dimension moyenne des particules de la couche d'engrais et celles de ces fines particules.

Le graphique de la figure 35 illustre pour les durées de 1 à 45 minutes, le pourcentage de fines particules qui traversent le lit de nitrate en fonction du rapport D/d. Ainsi par exemple pour un rapport de D/d de 5 (des fines de 1 mm sur une couche de particules d'un diamètre de 5 mm), on recueille environ 40% des fines après 1 minute, et de l'ordre de 80% après 5 minutes. On constate également qu'en dessous d'un rapport de 2, la percolation ne se

marque pratiquement pas même après 45 minutes. Ceci confirme certaines observations réalisées par les physiciens.

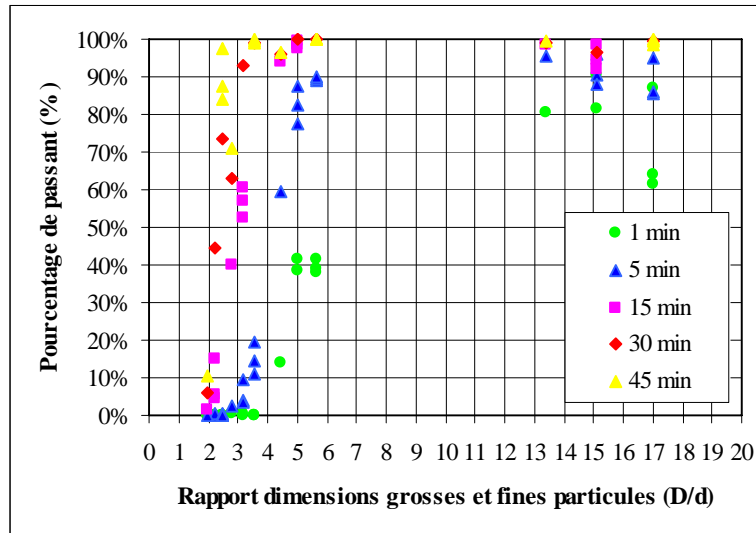


Figure 36. - Pourcentage de fines récupérées en fonction de leur dimension et du temps (accélération de vibrations : 1,5 g).

Au vu des résultats obtenus, on peut donner les recommandations suivantes :

Il est inévitable que le véhicule présente à certains moments de vibrations dont l'accélération sera supérieure à 1 g même pendant de courts instants. A ce moment la percolation des fines va se dérouler assez vite. Lorsque l'on est en présence d'un lit de particules de dimension relativement similaire et qu'un rapport de D/d supérieur à environ 2 à 3 existe, le phénomène de percolation apparaît. Avec des engrais dont le diamètre médian est de l'ordre de 3 mm, cela signifie que les fines de moins de 1 à 1,5 mm pourront se déplacer. Il est dès lors conseillé de limiter leur proportion dans les matières premières.

#### 4. TESTS D'ÉPANDAGE

Chaque mélange fabriqué a fait l'objet de tests d'épandage. Ces essais permettent de mettre en évidence l'aptitude du mélange à présenter après épandage d'une part une répartition pondérale correcte et d'autre part une répartition chimique (NPK) homogène.

##### 4.1. Répartition pondérale

Les essais effectués montrent qu'il est possible de régler l'appareil pour obtenir une courbe d'épandage correcte. La qualité de la répartition pondérale de l'engrais est notamment indiquée par le coefficient de variation de la courbe de répartition. Au plus ce coefficient est faible, au plus la qualité de l'épandage est bonne. Des valeurs inférieures à 15 signifient que la répartition pondérale de l'engrais sur le champ est bonne.

Pour chaque test, la valeur du coefficient de variation de la courbe d'épandage de mélanges a été déterminée. On constate qu'il est généralement possible d'obtenir une répartition pondérale correcte du bulk blend (Tableau 12).

Tableau 12. - Résultats de la répartition pondérale lors des essais d'épandage des mélanges.

Mélange	d <sub>50</sub> (mm)	GSI	Dose	Nbre répétition	CV		
					min	max	moy
M9	3,73	25,6	300	3	10,84	12,15	11,62
M10	3,37	18,7	300	3	13,02	16,67	14,64
M11	3,01	21,9	300	4	8,18	14,72	11,85
			600	1			17,33
M12	3,84	23,5	300	1			9,39
M13	3,11	18,9	300	3	10,03	12,01	11,22
			600	1			13,02
M14	2,88	37,2	300	3	9,1	16,86	12,70
M15	3,21	21,2	300	3	11,73	16,15	14,68
			600	1			21,63
M16	3,45	30,1	300	2	9,24	11,31	10,27
M17	3,28	19,0	300	4	10,92	12,57	11,95
			600	1			18,26
M18	3,48	17,4	300	3	11,61	14,65	12,85
			600	1			7,82
M19	3,26	18,9	300	4	8,14	11,02	9,45
M22	3,63	38,5	300	2	11,51	12,55	12,03
			600	1			11,16
M23	3,17	18,2	300	3	10,83	14,39	12,81
			600	2	8,04	9,13	8,58
M24	3,16	17,9	300	3	8,38	12,82	10,08
			600	3	6,18	10,60	8,35
M25	3,41	15,6	300	7	9,90	15,03	12,32
			600	3	7,77	10,40	9,35

On constate que l'épandage des engrais de mélange est possible jusqu'à des largeurs de travail de 24 m avec un appareil correctement réglé. Aucune corrélation n'a été trouvée entre les caractéristiques granulométriques du mélange et la qualité de la courbe de répartition transversale, bien que l'on se serait attendu à voir la qualité de l'épandage se dégrader avec les mélanges dont le GSI est supérieur à 30 et qui présentent donc beaucoup de fines.

Ces observations sont confirmées par les résultats de divers tests d'épandage de mélanges proposés par les fabricants d'engrais.

#### 4.2. Répartition chimique

Bien qu'il soit possible d'obtenir une bonne répartition pondérale de l'engrais, celle-ci doit également s'accompagner d'une répartition de la composition chimique correcte. Les premiers résultats des analyses chimiques des échantillons montrent que les compositions des échantillons varient selon la distance de projection (Tableau 13).

Tableau 13. - Composition des échantillons récoltés lors de l'épandage.

N° mél	16 gauche			8 m gauche			Centre			8 m droite			16 m droite			Coefficient variation		
	N	P	K	N	P	K	N	P	K	N	P	K	N	P	K	N	P	K
9	11,5	2,8	8,4	13,6	2,3	8,9	13,2	2,5	8,0	14,7	2,3	7,2	10,5	3,0	9,8	13,3	12,1	11,5
10	11,2	6,5	12,1	11,2	6,9	12,1	11,2	6,8	12,7	10,5	7,3	13,5	11,1	7,0	12,5	2,8	4,2	4,6
11	10,7			12,4			12,7			13,9			10,9			11,0		
12		3,0	9,6		3,6	8,6		3,4	8,5		3,4	8,1		3,3	7,6		6,6	8,7
13	12,5	26,3	13,2	12,9	32,1	11,1	13,0	29,6	11,1	31,8	11,9	11,9	13,4	25,7	12,7	2,6	10,3	7,9
14			35,9			35,2			32,9			35,3			36,6			4,0
15	11,7	7,8	14,7	15,1	5,9	11,3	14,4	6,4	12,3	13,9	6,7	12,8	11,9	7,6	15,2	11,4	11,7	12,4
16		3,8	8,2		3,8	8,4		3,8	8,3		3,8	7,9		3,6	8,2		2,4	2,3
17	8,4	22,7		10,2	27,0		9,0	23,5		9,2	25,0		10,9	28,7		10,5	9,8	
18	6,6	9,4	15,7	7,3	9,2	16,4	7,4	9,2	15,5	6,9	9,2	15,9	6,6	9,6	15,6	5,4	1,9	2,3
19	8,9	7,5	19,6	8,0	7,6	19,6	7,0	7,5	20,0	7,9	7,7	20,2	9,2	7,3	19,5	10,7	2,0	1,5
22		4,0	15,5		3,2	14,0		3,2	13,2		3,3	14,5		4,2	15,4		13,5	6,7
23	10,0	7,6	28,0	10,0	7,2	30,0	10,8	6,6	29,7	10,9	6,0	29,3	10,5	6,6	27,5	4,1	9,1	3,8
24	13,6	5,0	17,4	14,6	4,0	18,5	14,2	4,0	18,7	14,5	3,8	19,0	14,0	4,4	17,9	2,8	11,1	3,4
25	14,6	5,3	11,2	13,3	6,1	12,6	12,8	6,4	14,0	12,7	6,5	14,3	13,0	6,2	13,9	5,8	7,8	9,8

On observe des coefficients de variations pour les teneurs concernées (N, P et K) qui peuvent dépasser 10% et des écarts de composition qui peuvent atteindre plus de 4 unités pour un élément considéré.

Attention cependant que les valeurs mesurées concernent un simple passage alors que dans la pratique, les passages successifs provoquent un recouvrement des passages entre eux (Figure 37). Sur le champ, pour autant que le réglage de la largeur de travail soit bonne, la dose effectivement épandue à 8 m du tracteur sera composée pour 2/3 d'une partie reçue lors de ce passage et pour 1/3 d'une partie reçue lors du passage contigu (à 16 m de celui-ci). Pour des largeurs d'épandage supérieure, cette situation n'est plus toujours rencontrée, les courbes d'épandage étant de plus en plus similaires à des trapèzes plutôt qu'à des triangles.

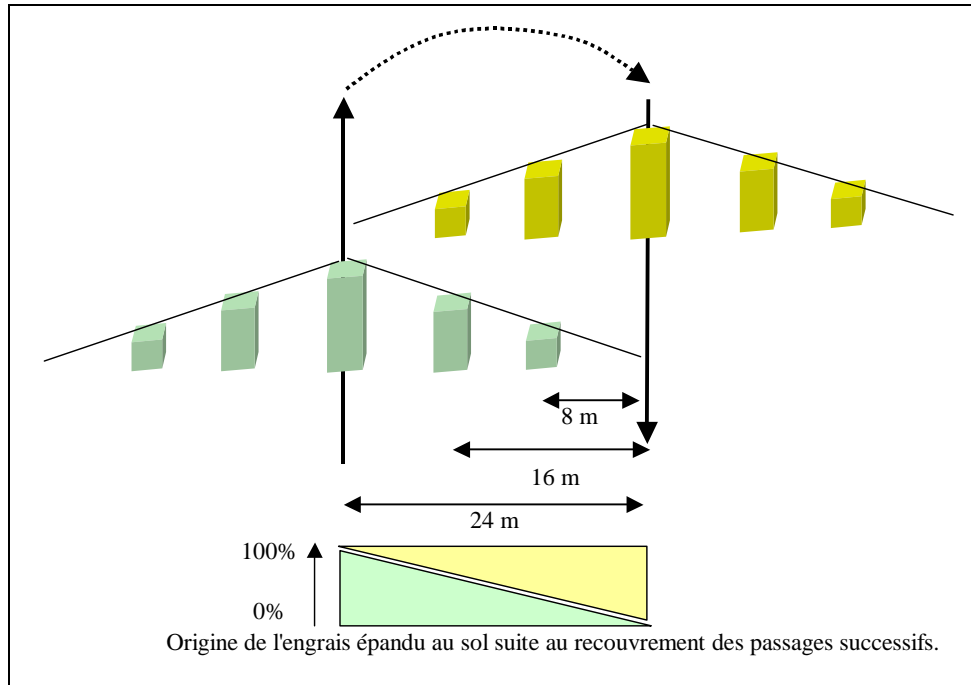


Figure 37. - Illustration de la composition de l'engrais épandu après recouvrement des passages successifs.

Bien que les écarts de composition chimique soit un renseignement pratique très utile, ils présentent un inconvénient majeur dans notre étude qui cherche à quantifier la ségrégation. Ces écarts dépendent des différences de caractéristiques physiques existant entre les matières premières, mais également des écarts de composition chimique entre celles-ci. Ainsi un mélange de deux engrais de composition similaire et présentant des caractéristiques physiques fort différentes ne va pas nécessairement conduire à de grandes variations de la répartition chimique des éléments. Afin de mieux analyser l'influence des propriétés physiques, il est donc plus opportun de comparer les pourcentages de chaque matière première dans les échantillons obtenus (Tableau 14). Cela est possible en connaissant la composition chimique précise de chaque matière première utilisée pour les mélanges.



Tableau 14. - Répartition des deux matières premières pour les échantillons selon la distance d'épandage.

N°	16 m gauche		8 m gauche		Centre		8 m droite		16 m droite		Ecart par rapport au 50/50		
	mél	n°1	n°2	n°1	n°2	n°1	n°2	n°1	n°2	n°1	n°2	16 m	8 m
9	43	57	50	50	48	52	54	46	39	61	18,0	4,0	4,0
10	54	46	54	46	51	49	48	52	52	48	6,0	2,0	2,0
11	41	59	48	52	49	51	54	46	42	58	17,0	6,0	2,0
12	44	56	52	48	55	45	56	44	60	40	16,0	8,0	10,0
13	59	41	45	55	52	48	47	53	60	40	19,0	8,0	4,0
14	60	40	59	41	55	45	59	41	62	38	22,0	18,0	10,0
15	42	58	56	44	52	48	51	49	41	59	17,0	7,0	4,0
16	50	50	51	49	51	49	48	52	50	50	0,0	1,0	2,0
17	45	55	55	45	47	53	50	50	59	41	14,0	5,0	6,0
18	53	47	57	43	57	43	56	44	49	51	2,0	13,0	14,0
19	38	62	44	56	51	49	45	55	36	64	26,0	11,0	2,0
22	25	75	51	49	60	40	50	50	25	75	50,0	1,0	20,0
23	59	41	56	44	49	51	47	53	53	47	12,0	9,0	2,0
25	60	40	55	45	50	50	49	51	51	49	11,0	6,0	0,0

Connaissant les propriétés physiques de chaque matière première utilisée, il est possible de quantifier l'écart existant entre elles pour chaque caractéristique étudiée. Il est alors possible de mettre en relation cet écart avec la variation de proportion de chaque matière première retrouvée dans les échantillons obtenus après épandage. Pour caractériser la variation de composition de l'engrais épandu, on détermine le coefficient de variation de la proportion de chaque matière première épandue.

Pour la granulométrie, il est possible d'exprimer la différence de plusieurs façons. On peut comparer les diamètres important ( $d_{16}$ ,  $d_{50}$ ,  $d_{84}$ ), l'étalement granulométrique (GSI ou étalement simple). Le tableau 15 reprend les écarts granulométriques existant entre les matières premières et le résultat sur la variation de la proportion dans les échantillons récoltés après épandage. Contrairement à ce qui était attendu, il apparaît qu'au plus le diamètre médian ( $d_{50}$ ) des deux composants est différent, au moins la ségrégation a été marquée. La granulométrie ne paraît donc pas être le facteur le plus important dans le processus de ségrégation lors de l'épandage. Par contre les différences concernant les autres paramètres (forme, masse) sont très réduits et ne permettent pas d'expliquer la ségrégation relevée pour le mélange n°19 notamment.

Tableau 15. - Ecart granulométriques entre matières premières et variation de leur proportion après épandage.

N° mél	Ecart entre mat 1 & 2					Ecart proportions (/50%)				
	$d_{16}$	$d_{50}$	$d_{84}$	GSI	étalement	16 m g	8 m g	centre	8 m d	16 m d
12	21%	25%	30%	22%	36%	16,7	2,7	0,7	5,3	13,3
16	30%	37%	35%	7%	43%	0,2	1,8	1,8	4,2	0,2
19	13%	17%	13%	5%	2%	13,8	1,8	12,2	1,8	15,8

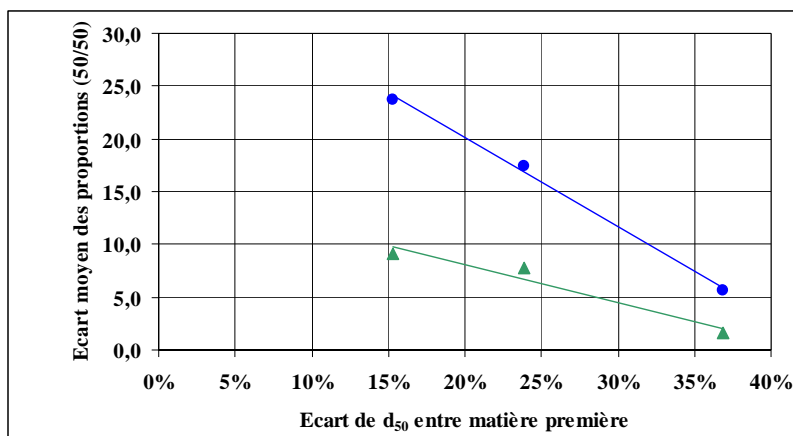


Figure 38. - Relation entre l'écart de  $d_{50}$  des matières premières et la variation de leur proportion après épandage.

Pour la variation de la masse volumique, on exprime simplement l'écart par la différence entre les masses volumiques sans tassement ramenée en pourcentage de la moyenne des deux valeurs. Les mesures illustrent qu'un écart de masse volumique provoque une ségrégation non négligeable lors de l'épandage (Tableau 16 et Figure 39). Au delà de 20% de différence de masse volumique, la ségrégation n'est plus négligeable.

Tableau 16. - Influence de la masse volumique sur la proportion des matières premières épandues.

N° mél	Ecart entre mat 1 & 2		Ecart moyen proportions				
	MV ST	MV AT	16 m g	8 m g	centre	8 m d	16 m d
11	44%	42%	14,4	0,4	1,6	11,6	12,4
17	33%	33%	11,1	8,9	7,1	1,1	16,9
18	16%	16%	6,2	3,8	1,8	0,2	6,2

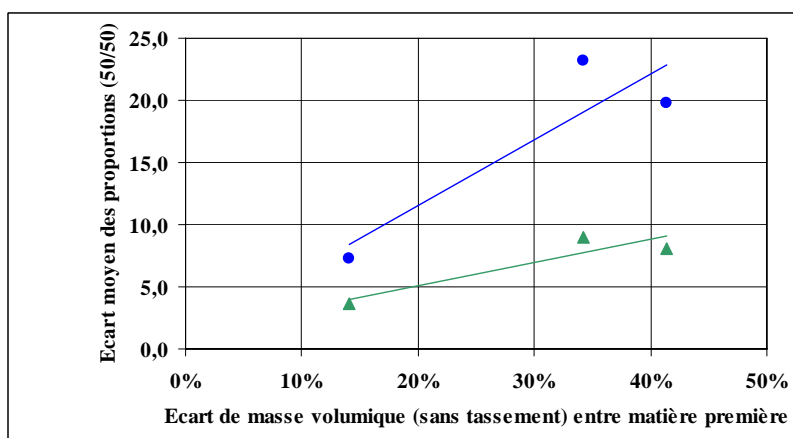


Figure 39. - Relation entre l'écart de masse volumique et la variation de la proportion des matières premières après épandage.

Pour l'étude de la forme, deux mélanges ont été complètement analysés. Bien que les écarts de forme n'était pas toujours très important, la ségrégation s'est particulièrement marquée. Les mesures réalisées tendent à montrer que ce critère influence fortement l'épandage (Tableau 17).

Tableau 17. - Influence de l'écart de forme sur la variation de proportion des matières premières épandues.

N° mél	Ecart entre mat 1 & 2 Angle	Ecart proportions				
		16 m g	8 m g	centre	8 m d	16 m d
20	21%	Non épandu				
15	12%	16,7	11,3	3,3	1,3	18,7
25	7%	15,8	5,8	4,2	6,2	2,2

Les autres mélanges ont également été épandu. Le but de ces tests sur des mélanges avec des composants qui diffèrent sur plusieurs critères est de voir si les différences peuvent éventuellement compenser leur effet ou au contraire l'accentuer. On observe aisément que pour les mélanges 10 et 14 les différences de propriétés physiques ont joué dans des sens opposés. Par contre pour le mélange n°22, l'influence des écarts s'est additionnée pour conduire à une ségrégation très marquée.

Tableau 18. - Variation de proportion des matières premières épandues pour les mélanges à plusieurs critères de différence.

N° mél	CV proportions		
	Mat n°1	Mat n°2	Moy
9	12,6	11,1	11,8
10	4,8	5,2	5,0
13	12,9	14,4	13,6
14	4,3	6,2	5,3
22	38,3	28	33,2

La principale problématique va consister à se fixer un seuil de variation de proportion qui soit acceptable. Ce seuil va dépendre notamment de la composition chimique des matières premières utilisées. Au plus cet écart sera important, au plus le seuil devra être faible. A titre d'exemple le tableau donne la composition chimique d'échantillons après épandage pour deux situations identiques pour le coefficient de variation des proportions de chaque matière première de 10. Le cas n°1 est un mélange de 14-7-21 et de 5-14-28 et le cas n°2 est un mélange de 27-0-0 et de 0-14-18. On observe que dans le premier cas, les écarts de teneurs restent limités et inférieurs à une unité. Par contre dans le second, la différence atteint 2,7 unités pour l'azote.

Tableau 19. - Illustration de l'influence de la composition chimique des matières premières sur le résultat de la ségrégation chimique.

	16 m gauche	8 m gauche	centre	8 m droite	16 m droite
<b>matière 1</b>	43,0	51,9	53,0	51,9	43,0
<b>matière 2</b>	57,0	48,1	47,0	48,1	57,0

Cas n°1 : mélange de 14-7-21 et 5-14-28

	16 m gauche	8 m gauche	centre	8 m droite	16 m droite
N	8,9	9,7	9,8	9,7	8,9
P	11,0	10,4	10,3	10,4	11,0
K	25,0	24,4	24,3	24,4	25,0

Cas n°2 : mélange de 27-0-0 et 0-14-18

	16 m gauche	8 m gauche	centre	8 m droite	16 m droite
N	11,6	14,0	14,3	14,0	11,6
P	8,0	6,7	6,6	6,7	8,0
K	10,3	8,7	8,5	8,7	10,3

## DIFFUSION ET VALORISATION

La diffusion et la valorisation des résultats de ces recherches se fait à plusieurs niveaux :

Comité de normalisation CEN. La méthode de mesure de la fluidité est actuellement normalisée (EN 13299 : 2000) ainsi que l'annexe ZA à la norme sur la méthode de mesure de la granulométrie qui concerne l'interprétation de ces mesures (EN 1235 – 1995 /prA1 : 2002 Annex ZA informative). Deux rapports techniques ont également été établis, l'un concernant une étude sur l'homogénéité (CR 13960 : 2000-08 study on homogeneity) et l'autre sur la détermination de la teneur en poussière (CR 14061 : 2000-12 Determination of dust content). Des contacts réguliers ont ainsi été établis entre les participants au groupe de travail de normalisation. Ces personnes représentant soit des centres de recherches, soit des producteurs d'engrais. Une réunion du comité de travail (TC260) a eu lieu à Gembloux et les travaux sur les problèmes de ségrégation avaient été présentés aux participants.

Enfin, bien qu'elle ne soit pas encore aboutie, la mesure de la forme par les techniques d'analyse d'images semble prometteuse. Cela a permis une collaboration étroite avec le laboratoire MICA de l'Université de Liège, ainsi que la société Occhio, tous deux spécialisés dans les techniques d'analyse d'images.

Bien que ne faisant pas partie du projet au départ, le développement d'une méthode de mesure de la composition chimique par les techniques de réflectométrie dans le proche infra rouge a commencé. Le Département Qualité du Centre de Recherches a montré que ce système était utilisable pour doser les teneurs en azote et en phosphore. Une collaboration avec les laboratoires d'analyses de l'Etat devrait voir le jour afin de valider la méthode proposée.

Les résultats des recherches concernant la ségrégation lors de mélanges intéressent directement les fabricants de mélanges qui ont mis à disposition des matières premières. Des critères de qualité plus précis que ceux existants leur sont proposés. De même quelques dispositifs de test simple et peu coûteux leur permettent d'effectuer leur propre expérience sur les mélanges qu'ils produisent. Les règles de qualité des engrais concernent les fournisseurs d'engrais et les mélangeurs d'engrais.

De la même façon les constructeurs d'épandeurs d'engrais nous ont aidés dans l'interprétation de certains résultats. Ils disposent d'informations pour l'établissement des tables de réglage de leur machine.

## BILAN ET PERSPECTIVES

Les perspectives futures sont les suivantes :

Pour les propriétés physiques

Poursuite du développement des techniques d'analyses d'images et des résultats de ces mesures. La technologie s'est progressivement améliorée pour fournir des résultats fiables sur les engrais et des corrélations avec les autres propriétés physiques ont été dégagées.

Validation de la méthode de détermination de la composition chimique des engrais par les techniques de réflectométrie dans le proche infra rouge. Des contacts ont été pris dans ce sens entre le Département Qualité du Centre de Recherche et des personnes de l'AFSCA intéressée par la détermination de la composition chimique des engrais.

L'association européenne des mélangeurs d'engrais (EBA) souhaite la poursuite de ces essais notamment en s'intéressant à des mélanges à plus de deux composants et également à des largeurs d'épandage encore plus importantes. Une proposition de projet à été déposée dans ce sens.

Le laboratoire d'analyse des propriétés physiques des engrais est en cours d'accréditation selon les normes ISO 17025. Des analyses sur d'autres matériaux nous sont aujourd'hui proposées et certaines règles obtenues avec les engrais restent applicables.

## BIBLIOGRAPHIE

- ABIPA []  
Recommandations pour le stockage et la manutention des engrais azotés. Association Belge de l'Industrie des Produits Azotés (ABIPA). 14 p.
- ALLEN T. [1975]  
Particle size measurement. Chapman & Hall, London.
- ALONSO J.J., HOVI J.-P., HERRMANN H.J. [1998]  
Lattice model for the calculation of the angle of repose from microscopic grain properties. Physical Review E., volume 58, number 1, 672-679 pp.
- ANDERSSON E. [1994]  
Vibration-induced mixing and segregation phenomena in granular materials. SURF report, Caltech, 5p.
- ANONYME [1991]  
Rapport interne AZF : recherches procédés engrais. AZF Atochem. 61 p.
- ANONYME [1995]  
Compte rendu des 4<sup>èmes</sup> Rencontres internationales de l'AFCOME, Tours, France.
- ANONYME [1997]  
Bulk Blending : An International Perspective. 5<sup>ième</sup> rencontres Internationales de l'AFCOME, Beaune, France, novembre 1997.
- ANONYME [2000]  
Solids Fertilizers – Study on homogeneity : Rapport Technique CEN, CR 13960, août 2000.
- BAGNOLD [1954]  
Proc. Roy. Soc. A 225, 49-63 pp.
- BRENNEN S., WASSGREN [1996]  
Vertical oscillation of a bed of granular material. Journal of applied Mechanics, Vol 63, 156-161 pp.
- BOUTREUX T., DE GENNES P.G. [1996]  
Surface flows of granular mixtures : I. General principles and minimal model. J. Phys. I France 6, 1295-1304 pp.
- BOUTREUX T. [1998]  
Surface flows of granular mixtures : II. Segregation with grains of different size. The european Physical Journal B ,n°6, 419-424 pp.
- BOUTREUX T., MAKSE H.A., DE GENNES P.-G. [1999]  
Surface flows of granular mixtures : III. Canonical model. The European Physical Journal B, n°9, 105-115 pp.
- CEMAGREF – COMIFER [1994]  
Épandage d'engrais minéraux solides – Méthodologie, conseils pratiques pour bien épandre – contrôle au champ. 57 p.
- CHEVAL J.L. [1991]  
Update on the canadian Fertilizer Quality Assurance Program and SGN, Publication n°4, AAPFCO
- CHEVAL J.L. [1993]  
La dimension moyenne (méthode SGN) et la qualité des mélanges d'engrais. 3<sup>ième</sup> Rencontres internationales de l'AFCOME, Reims, novembre 1993.
- CIZEAU P., MAKSE H.A., STANLEY H.E. [1999]  
Mechanisms of granular spontaneous stratification and segregation in two-dimensional silos. Physical Reviv E., volume 59, number 4, 4408-4421 pp.
- CLEARY P.W. [1999]  
Idler-induced segregation on a conveyor belt. CSIRO, CMIS, Australia, 2 p.
- CLEMENT E., DURAN J., RAJCHENBACH J. [1992]  
Experimental study of heaping in a two-dimensional « sandpile ». Physical Reviv Letters, volume 69, number 8, 1189-1192 pp.
- DAGNELIE P. [1973]  
Théorie et méthodes statistiques vol. 1. Les presses agronomiques de Gembloux, 378 p.

- DAGNELIE P. [1975]  
Théorie et méthodes statistiques vol. 2. Les presses agronomiques de Gembloux, 463 p.
- DARDENNE P. [1975]  
Etude technico-économique du transport et de la manutention des engrais solides. Travail de fin d'études, faculté des Sciences agronomiques, chaire du génie rural, 191 p.
- DEBROIZE D., ROUSSELET M., HÉBRARD J.P. [1998]  
Engrais : une affaire de physique. Perspectives agricoles n° 241, 44-49 pp.
- DECROUX J. [1992]  
Caractéristiques physiques des produits. Sitma liaison 22, Société des Ingénieurs et Techniciens du Machinisme Agricole, Paris, France, 9-15 pp.
- DE LARRARD F, ACKER P [2000]  
Bétons et distribution granulaire. Colloque physique et mécanique des matériaux granulaires – Actes des journées scientifiques du LCPC, 57-68 pp.
- DELTENRE A. [1993]  
Analyse du comportement vibratoire d'un tracteur agricole en déplacement sur route Relations avec les normes de confort du conducteur. Thèse de doctorat Faculté des Sciences agronomiques de Gembloux 315 p.
- DESTAIN J.P., PRADE J., LEGRAIN A., DUFEY V., DROEVEN G. [1986]  
Uniformité de répartition des engrais à l'épandage mécanique et emploi de nouveaux mélanges solides. In : Fumure et protection phytosanitaire des céréales, Faculté des Sciences agronomiques et Centre de recherches agronomiques, Gembloux, Belgique, 1-6 pp.
- DURAN J., RAJCHENBACH J., CLEMENT E. [1993]  
Arching effect model for particle size segregation. Physical Review Letters, volume 70, number 16, 2431-2434 pp.
- DURAN J., MAZOZI T., CLEMENT E., RAJCHENBACH J. [1994]  
size segregation in a two-dimensional sandpile : convection and arching effects. Physical Review E., volume 50, number 6, 5138-5141 pp.
- DURAN J., MAZOZI T., CLEMENT E., RAJCHENBACH J. [1994]  
Decompaction modes of a two-dimensional "sandpile" under vibration : model and experiments. Physical Review E., volume 50, number 4, 3092-3098 pp.
- DURAN J., MAZOZI T., LUDING S., CLEMENT E., RAJCHENBACH J. [1996]  
Discontinuous decompaction of a falling sandpile. Physical Review E., volume 53, number 2, 1923-1929 pp.
- DURAN J. [2000]  
Sands, powders and grains : an introduction to the physics of granular materials. Springer-verlag NY, 214 p.
- DURY C.M., RISTOW G.H. [1998]  
Competition of mixing and segregation in rotating cylinders. Cond mat/ 9805381, 9 p.
- DURY C.M., RISTOW G.H., MOSS J.L., NAKAGAWA M. [1998]  
Boundary effects on the angle of repose in rotating cylinders. Physical Review E., volume 57, number 4, 4491-4497 pp.
- EBA [1997]  
Manuel de qualité des mélanges d'engrais solides : code de bonnes pratiques. European Blenders Association, 32 p.
- GALLAS J.A.C., HERRMANN H.J., SOKOLOWSKI [1992]  
Convection cells in vibrating granular media. Physical review letters, volume 69, number 9, 1371-1374 pp.
- GRASSELLI Y., HERRMANN H.J. [1997]  
On the angles of dry granular heaps. Physica A 246, 301-312 pp.
- GRASSELLI, HERRMANN [1998]  
Experimental study of granular stratification. Granular Matter 1, 43-47 pp.
- GROSSMAN E.L. [1997]  
Effects of container geometry on granular convection. Physical Review E., volume 56, number 3, 3290-3299 pp.



- HEAD D.A., RODGERS G.J. [1997]  
Slowly driven sandpile formation with granular mixtures. *Physical Review E.*, volume 56, number 2, 1976-1980 pp.
- HERRMANN H. [1997]  
Grains of understanding. *Physics World* november 1997, 31-34 pp.
- HILL K.M., KAKALIOS J. [1995]  
Reversible axial segregation of rotating granular media. *Physical Review E.*, volume 52, number 4, pp.
- HILL K.M., KHAKHAR D.V., GILCHRIST J.F., MCCARTHY J.J., OTTINO J.M. [1999]  
Granular Flows. *PNAS*, vol 96 n°21, 11701-11706 pp.
- HOFFMEISTER [1982]  
Particle size requirements for bulk blend materials. Association of american plant food control officials, Columbus, Ohio.
- HOFSTEE J.W., HUISMAN W. [1990]  
Handling and spreading of fertilizers. Part 1 : Physical properties of fertilizer in relation to particle motion. *Journal of Agricultural Engineering Research* 47(4), 213-234 pp.
- HOFSTEE J.W. [1992]  
Handling and spreading of fertilizers. Part 2 : Physical properties of fertilizer, measuring methods and data. *Journal of Agricultural engineering Research* 53(2), 141-162.
- ISHERWOOD K.F. [1996]  
Fertiliser supply from factory to farm : a global review. Fertiliser Society, Proceedings n°386, Cambridge, 27 p.
- ISHERWOOD K.F [1997]  
Fertilizer distribution systems in Europe. The International Fertilizer Industry Association (IFA), 5<sup>ème</sup> rencontres internationales de l'AFCOME, Beaune, France, novembre, 18 p.
- ISO [1987]  
Rapport technique 7553. Engrais – Echantillonnage – Masse minimale de prélèvement en cas de traitement de la totalité de l'unité d'échantillonnage à prélever. Organisation Internationale de Normalisation, Genève, Suisse, 7 p.
- JAEGER H.M., NAGEL S.R. [1992]  
La physique de l'état granulaire. *La recherche* 249 volume 23, 1380-1387 pp.
- JAEGER H.M., NAGEL S.R., BEHRINGER R.P. [1996]  
Granular solids, liquids and gases. *Reviews of modern Physics*, vol 68, n°4, 1259-1273 pp.
- JULLIEN R. [1992]  
La ségrégation chez les grains de sable. *La recherche* 247, volume 23, 1198-1199 pp.
- JULLIEN R., MEAKIN P., PAVLOVITCH A. [1992]  
Three dimensional model for particle-size segregation by shaking. *Physical Review Letters*, volume 69, number 4, 640-642 pp.
- JUNGHÄHNEL R., LOBER M., RÖTHEMEYER H., SCHMIDT W., UHLIG F [1999]  
Sicherer und komfortabler arbeiten mit einem geforderten Schlepper. *Profi* n°2 1999, 10-18 pp.
- KAMPFE K.F., JASCHKE H.J., BRINSCHWITZ W. [1982]  
Zusammenhang zwischen wesentlichen physikalische eigenschaften und der verteilgenauigkeit der mineraldünger bei der applikation. *Agrartechnik* 32(6), 253-256.
- KIPP W. [1999]  
Packaging technology & engineering : Simplifying Power Spectral, shock response analysis. 6p.
- KNIGHT J., JAEGER H.M., SIDNEY R.N. [1993]  
Vibration-induced size separation in granular media : the convection connection. *Physical Review Letters*, volume 70, number 24, 3728-3731 pp.
- KUMMER K.F. [1989]  
« Bulk blending » : pas d'alternative face aux engrais complexes NPK ! BASF informations agricoles n°3, 14-17 pp
- LANCE G.E.N., DOCHERTY A.C. [1980]  
A review of recent developments in methods for the sampling, Physical testing and chemical analysis of fertilisers. The Fertiliser Society, Proceedings n°194, London.

- LANCE G.E.N. [1996]  
Theory of fertiliser blending. The Fertiliser Society, Proceedings n°387, Cambridge, 41 p.
- LECOCQ N [2000]  
Ségrégation et stratification spontanées dans les mélanges granulaires. Travail de fin d'études, Université de Liège, Faculté des Sciences, 112 p.
- LEONARD J.E. [1996]  
Technology of fertiliser blending. The Fertiliser Society, International conference in Cambridge, Decembre 96 Proceedings n°388, 44 p.
- MAXWELL A.S. [1996]  
Developments in bulk handling. An improved loading chute that eliminates dust and minimises degradation and segregation. Fertiliser society, International conference, Cambridge, Decembre 96, Proceedings n°392 15 p.
- METCALFE G., SHINBROT T., MCCARTHY J.J., OTTINO J.M. []  
Avalanche mixing of granular solids. Nature
- MISERQUE O. [1998]  
Etude des caractéristiques physiques des particules limitant l'homogénéité des mélanges d'engrais. Rapport Fonds des Matières premières et des Produits transformés, Ministère des Classes moyennes et de l'Agriculture, Belgique, 65 p.
- MISERQUE O., PIRARD E., TISSOT S. [2001]  
Caractérisation des particules d'engrais : corrélation entre les propriétés physiques et morphométriques. Visualisation – Image – Modélisation, volume 15, Nancy.
- NORME EN 1235 [1995]  
Engrais solides – Tamisage de contrôle (ISO 8397 : 1988 modifiée). Norme européenne, juin 1995.
- NORME EN 1236 [1995]  
Engrais – Détermination de la masse volumique sans tassement (ISO 3944 : 1992 modifiée). Norme européenne, juin 1995.
- NORME EN 1237 [1995]  
Engrais – Détermination de la masse volumique après tassement (ISO 5311 : 1992 modifiée). Norme européenne, juin 1995.
- NORME EN 1482 [1996]  
Echantillonnage des matières fertilisantes solides et des amendements calcaires et/ou magnésiens. Norme européenne, avril 1996.
- NORME EN 12047 [1996]  
Engrais solides – Mesurage de l'angle de talus d'éboulement (ISO 8398 : 1989 modifiée). Norme européenne, septembre 1996.
- NORME EN 12048 [1996]  
Engrais solides et amendements calciques et/ou magnésiens – Détermination de la teneur en eau – Méthode gravimétrique par séchage à  $105 \pm 2$  ° C (ISO 8190 : 1992 modifiée). Norme européenne, septembre 1996.
- NORME EN 12049 [1996]  
Engrais solides et amendements calciques et/ou magnésiens – Détermination de la teneur en eau – Méthode gravimétrique par séchage sous pression réduite (ISO 8189 : 1992 modifiée). Norme Européenne septembre 1996.
- NORME EN 13299 [2000]  
Engrais solides et amendements calciques et/ou magnésiens – Détermination de la fluidité. Norme européenne, février 2000.
- NORME NF U 42-053 [1979]  
Matières fertilisantes – Engrais – Contrôle de réception d'un grand lot d'engrais : méthode pratique. Mai 1979.
- NORME NF U 42-405 [1981]  
Engrais composés minéraux. homogénéité d'un lot. Méthode de contrôle. Décembre 1981.
- NORME NF U 42-050 [1968]  
Engrais. Echantillonnage et estimation d'un lot. Juillet 1968.
- OESTGES O. [1994]  
La mécanisation des travaux agricoles. Tome I, Les presses agronomiques de Gembloux, Station de Génie rural , CRA Gx, 248 p.

- OLIESLAGERS R., VERREECKE L. [1998]  
Spreading sample request package and routine. Hydro Agri R&D Centre, Sluiskill,
- PERRIN J.R., MAHER F., RUSSEL C.H. [1975]  
Bulk blend quality control manual. The fertilizer institute's, Washington, 118 p.
- PETERSEN J.M., SVENDSEN J.A., OVLAND S. [1991]  
A method of studying the influence of fertilizer particle size on the distribution from a twin-disc spreader. Journal of Agricultural Engineering Research 50(4), 291-303 pp.
- PIRARD E. [1993]  
Morphométrie euclidienne des figures planes Applications à l'Analyse des Matériaux Granulaires. Thèse de doctorat Faculté des Sciences Appliquées, Université de Liège. 253 p.
- PIRARD E. [1994]  
Analyse morphométrique des poudres : une approche systématique et robuste par la morphologie mathématique. La revue de Métallurgie-CIT/ sciences et Génie des matériaux, février 1994, 295-303 pp.
- PIRARD E. [1994]  
Shape processing and analysis using the calypter. Journal of microscopy , vol 175, Pt3, 214-221 pp.
- POPP T. [1985]  
Qualité des engrais composés : comparaison entre 25 échantillons d'engrais en provenance du monde entier. Edition spéciale BASF. Epandage et qualité des engrais composés. 14-24 pp.
- POPP T., ULLRICH K.H. [-]  
De l'importance de la qualité des engrais dans un épandage mécanique. BASF Informations agricoles n°2, 3-13 pp.
- PORSKAMP H.A. [1979]  
Korrelgrootte en strooiresultaat bij kunstmeststrooiers. Landbouwmecanisatie 30, 353-357 pp.
- RAJCHENBACH [1998]  
Continuous flows and avalanches of grains. Physics of dry granular matter, H Herrmann Ed, Kluwer, Dordrecht.
- RISTOW G.H. [2000]  
Pattern formation in granular materials. Springer tracts in modern physics vol 164, 161 p.
- RONG. G.H., NEGI S.C., JOFRIET J.C. [1995]  
Simulation of flow behaviour of bulk solids in bins. Part 1 : model developpement and validation. Journal of agricultural engineering research 62, 247-256 pp.
- RONG. G.H., NEGI S.C., JOFRIET J.C. [1995]  
Simulation of flow behaviour of bulk solids in bins. Part 2 : Shear bands, flow corrective inserts and velocity profiles. Journal of agricultural engineering research 62, 257-269 pp.
- TARDY F. [1999]  
La granulométrie des engrais de mélange : Prélèvement des échantillons, analyse, interprétation des résultats. 6<sup>ième</sup> Rencontres internationales de l'AFCOME Bulk blending 1999, Angers, 6p.
- TISSOT S., BAYART L., BEN HARRATH A. [1992]  
Distribution homogène et qualité de l'engrais. Revue de l'Agriculture, vol 45, n°6, 1211-1220 pp.
- TISSOT S. [1995]  
Analyse de l'homogénéité de la répartition transversale des engrais épandus par des distributeurs centrifuges. Thèse de doctorat, Faculté universitaire des Sciences agronomiques Gembloux, Belgique, 306 p.
- VANDEWALLE N., D'HULST, AUSLOOS [1998]  
Phase segregatin in binary sandpiles on fractal bases. Physical review, volume58, n°6, 5 p.
- WASSGREN C.R. [1996]  
Vertical vibration of a deep bed in a container. Journal of applied Mechanics, Vol 63, 712-719 pp.
- WASSGREN C.R. [1997]  
Vibration of granular materials, PhD Thesis, California Institute of Technology, pasadena, CA.
- WILLIAMS J.C. [1976]  
The segregation of particulate materials. A review. Powder Technology, 15, 245-251 pp.
- YOUNG T.M. [1987]  
Blending in Ireland. The Fertiliser Society, Proceedings n°255, London, 32 p.

Publié en 2005 par la Politique scientifique fédérale

La responsabilité scientifique de ce rapport est assumée par les auteurs.

---

**POLITIQUE  
SCIENTIFIQUE FEDERALE**

rue de la Science 8 ■ B-1000 BRUXELLES  
Tél. 02 238 34 11 ■ Fax 02 230 59 12  
[www.belspo.be](http://www.belspo.be)

