

CARACTÉRISATION DES PARTICULES D'ENGRAIS : CORRÉLATION ENTRE LES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES ET MORPHOMÉTRIQUES.

OLIVIER MISERQUE, SERGE TISSOT

Centre de Recherches Agronomiques, Génie Rural
Chaussée de Namur, 146 - 5030 Gembloux, Belgique.

ERIC PIRARD

Université de Liège, Dépt Géoressources, MICA
Avenue des Tilleuls, 45 - 4000 Liège, Belgique.

Résumé

Une série de lots d'engrais considérés comme représentatifs de la production actuelle a été sélectionnée pour effectuer des tests normalisés ainsi que des mesures granulomorphométriques par analyse d'images. La mise en corrélation des différentes grandeurs mesurées met en évidence le rôle dominant de la forme des particules dans les mécanismes de compaction par tassement ainsi que dans l'angle formé par les talus d'éboulement. Ces observations confirment la contribution importante que des méthodes pertinentes d'analyse d'images peuvent apporter à une meilleure connaissance des engrais et des matériaux granulaires en général.

I. INTRODUCTION

Les engrais existent sous forme liquide ou solide (poudre ou granules). Ils contiennent soit de l'azote, du phosphore, du potassium ou une combinaison de ces différents éléments. Parmi ceux-ci, les engrais granulés solides posent des problèmes spécifiques liés à leur manipulation tant lors de la fabrication que durant la phase d'épandage. Plusieurs fabricants et centres de recherche tentent de proposer des critères de qualité des engrais basés essentiellement sur la dimension et la forme des particules ainsi que sur la masse volumique du produit.

Pour y parvenir, il est indispensable de mesurer précisément les caractéristiques physiques du matériau granulaire. Des méthodes normalisées existent pour la granulométrie, l'angle de talus, la fluidité et les masses volumiques (avec et sans tassement).

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

Dans le cadre de cette étude, des résultats encourageants indiquent qu'il est permis d'espérer un apport significatif des techniques d'imagerie à la problématique de la caractérisation des engrais granulés solides.

II. MATÉRIEL ET MÉTHODES

Six engrais différents par la dimension, la forme et la masse volumique ont été sélectionnés. Chacun a fait l'objet de mesures physiques classiques et d'une caractérisation par analyse d'images.

II.1. Les mesures physiques

II.1.1. La granulométrie

Le tamisage est effectué selon la norme EN 1235 (1). Les mailles carrées des tamis utilisés dans le cadre de cette étude sont : 1,4 ; 2 ; 2,5 ; 3,15 ; 3,55 ; 4 et 4,5 mm. La durée de tamisage est fixée à 10 minutes avec une accélération de 5 g.

En pratique, la courbe granulométrique est caractérisée par différentes valeurs de percentiles d_x (x étant la fraction pondérale passant le tamis de maille d). Les plus couramment utilisés sont d_{10} , d_{16} , d_{50} , d_{84} et d_{90} .

L'étendue granulométrique de la courbe (GSI : Granulometric Spread Index) est chiffrée par les producteurs de mélanges d'engrais selon la formule :

$$GSI = \frac{d_{84} - d_{16}}{2 \times d_{50}} \times 100$$

II.1.2. L'angle de talus statique

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 (2). L'appareillage consiste en un entonnoir placé à une hauteur de 120 mm au-dessus d'une plaque plane et carrée. Quatre diamètres décalés de 45° sont tracés en passant par le centre de la plaque. En s'écoulant, l'engrais forme un cône dont la croissance s'arrête lorsque son sommet atteint la base de l'entonnoir. La moyenne des quatre diamètres donne l'angle de talus par la formule :

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

h est la hauteur du cône (120 mm),

\bar{d} est la moyenne arithmétique des quatre diamètres mesurés en mm,

d_1 est le diamètre interne du support de l'entonnoir (25 mm).

II.1.3. La masse volumique sans tassement

Selon la norme EN1236 (3), une quantité d'engrais supérieure en volume au contenu d'un cylindre gradué est déversée. Après remplissage, le cylindre est arasé au moyen d'une spatule et pesé pour déterminer la masse volumique apparente sans tassement (ρ). Il est pris soin d'éviter toute vibration lors de la procédure. L'essai est fait avec environ un litre de matière.

II.1.4. La masse volumique après tassement

La norme EN 1237 (4) suit un protocole identique mais ajoute au-dessus du cylindre gradué un collier rempli d'engrais. Une fois rempli, le cylindre est animé de 2500 secousses d'une amplitude verticale de 3 mm. Le contenu du cylindre est ensuite pesé pour déterminer la masse volumique après tassement (ρ_t).

II.1.5. La fluidité

Cette mesure fait encore l'objet d'études au sein du groupe de normalisation CEN/TC260/WG2. Dans ce cadre, la fluidité est calculée à partir de la mesure du temps nécessaire pour que 2 kg d'engrais s'écoulent 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 :

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

F est la fluidité (kg/min),
 m_f est la masse de l'engrais (kg),
 t_f est le temps d'écoulement (sec),
 C_f est le coefficient d'étalonnage.

II.2. L'analyse d'images

II.2.1. Acquisition d'images

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 40 μ m. Soit une représentation digitale de l'ordre de 3000 pixels pour une particule de 2,5mm 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 stable (Fig.1.). Le nombre de particules mesurées par lot est de l'ordre de 500, ce qui permet de restreindre suffisamment l'intervalle de confiance autour de la moyenne, tant pour les distributions granulométriques que morphométriques.

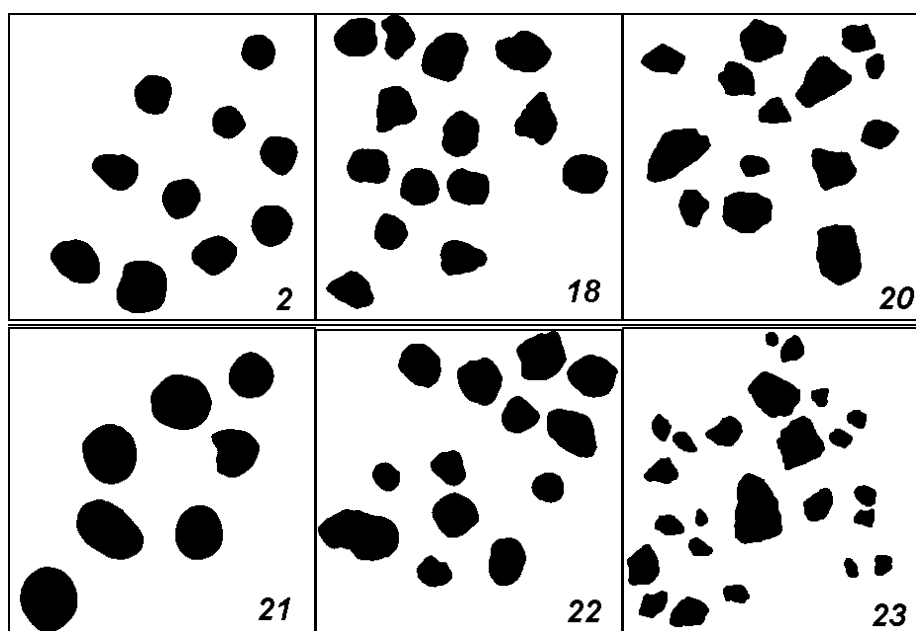


Figure 1. Images indicatives des différentes qualités d'engrais utilisées pour l'analyse.

II.2.2. Mesures granulométriques

Avant de procéder à toute mesure, les particules de moins de 400 pixels et celles qui interceptent le bord d'image sont automatiquement éliminées. Étant donné le grossissement adopté, la correction de Miles-Lantuéjoul (5) relative à la probabilité d'inclusion d'une particule dans l'image a été négligée.

Les dimensions de chaque particule sont estimées par la méthode des moments d'inertie (6) 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 (Fig. 2.) . 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 (Tab.1.). Afin de permettre le passage d'une granulométrie en nombre à une granulométrie en mesure, le volume individuel de chaque particule est estimé comme étant l'ellipsoïde de révolution construit sur base de l'ellipse d'inertie équivalente. Il est à noter que d'autres calculs de pondération de la granulométrie sont possibles mais qu'ils ne changent pas fondamentalement l'allure des courbes.

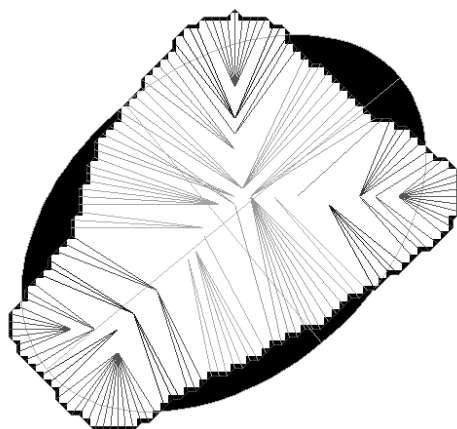


Figure 2. Ellipse d'inertie équivalente et visualisation du calypstre construit sur une particule d'engrais du lot 20.

II.2.3. Mesures morphométriques

Outre la mesure d'allongement (EI) estimée par le rapport des axes de l'ellipse d'inertie équivalente. Des mesures d'émoussé et de rugosité de particules ont été effectuées (7). 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 (8). 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 (9)). Le calypstre 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 (Fig.2.). 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. Ce paramètre correspond à l'automatisation des concepts définis en sédimentologie par Wadell (10).

III. RÉSULTATS

Les mesures effectuées sur les engrais par les techniques traditionnelles et par analyse d'image sont reprises dans les tableaux 1 et 2.

Lot	Type	Teneurs	α	F	ρ	ρ_t	d_{10}	d_{16}	d_{50}	d_{84}	d_{90}
		(N-P-K)	(°)	kg/min	kg/m ³	kg/m ³	(mm)				
2	N	27-0-0	30,93	5,64	1050,76	1097,9	2,32	2,56	3,31	3,93	4,1
18	NP	18-46-0	35,87	4,28	910,4	967,52	2,58	2,67	3,17	3,82	3,97
20	K	0-0-60	37,36	5,16	1068,2	1144,12	2,01	2,22	3,11	4,08	4,33
21	PK	0-14-18	33,19	6,00	1335,06	1399,55	3	3,27	4,21	> 4.5	> 4.5
22	N	26-0-0	35,82	4,43	869,39	928,34	2,55	2,64	3,16	3,99	4,25
23	K	0-0-11	38,26	5,79	1182,68	1260,03	1,44	1,57	2,53	3,97	> 4.5

Tableau 1. - Résultat des mesures des propriétés physiques des engrais : méthodes traditionnelles (α : angle de talus; F: fluidité; ρ : masse volumique; ρ_t : masse volumique après tassement; d_x : maille de tamis correspondant au percentile x%).

Lot	Type	D_{Eq}	D_b	Vol	El	Wv
		mm	Mm	mm ³	%	%
2	N	2.554	2.4221	24.445	0.8971	82.43
18	NP	3.155	2.8650	41.213	0.8163	68.89
20	K	3.201	2.7874	46.482	0.7376	57.06
21	PK	3.728	3.4450	69.894	0.8517	80.79
22	N	3.004	2.6844	37.620	0.7927	66.79
23	K	2.551	2.2465	29.723	0.7123	43.14

Tableau 2. - Résultat des mesures des propriétés granulomorphométriques 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; El : Allongement de l'ellipse d'inertie équivalente; Wv émoussé équivalent).

IV. DISCUSSION

Les propriétés morphométriques, mettent en évidence une relation très nette avec la mesure de l'angle de talus (Fig. 4). 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 (les lots 2 et 21 présentent les granulométries les plus différentes).

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 (%) généré par le tassement est mis en regard tant des valeurs d'allongement de l'ellipse d'inertie équivalente que des valeurs d'émoussé (Fig. 5.).

Ceci confirme que les particules les plus sphériques ne peuvent se réorganiser beaucoup plus suite aux vibrations contrairement aux particules rugueuses et allongées. Cette double corrélation pourrait faire penser à une redondance entre les valeurs morphométriques, mais les mesures statistiques confirment la très bonne indépendance entre les paramètres utilisés (Tab. 3.), ce qui n'est pas le cas du déficit isopérimétrique ($F=4\pi A/P^2$) utilisé par de très nombreux auteurs (5) et présent dans la majorité des logiciels commerciaux mais incapable de différencier les aspects d'allongement, de rugosité et de concavité présents dans la notion de forme.

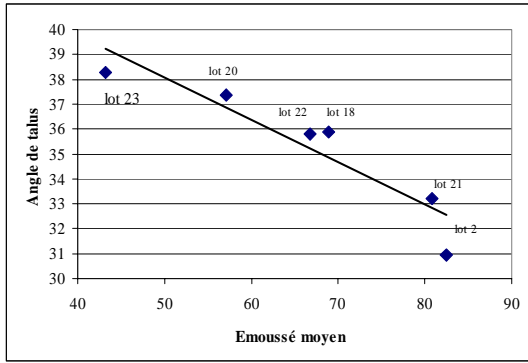


Figure 4. - Relation entre l'émoussé moyen et l'angle de talus. La forme des particules l'emporte sur la mesure granulométrique.

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'émoussé contrairement aux observations faites sur des sables (7). 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.

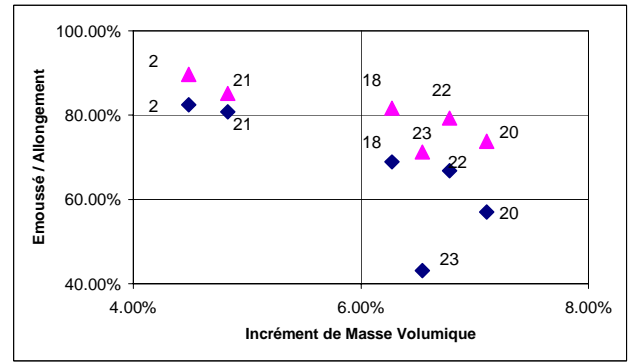


Fig. 5 Corrélation entre l'incrément de masse volumique et les valeurs moyennes d'allongement (▲) ou d'émoussé (◆).

	$4\pi A/P^2$	D_{Eq}	El	Wv
$4\pi A/P^2$	1	-.208	.536	.615
D_{Eq}		1	-.170	-.392
El			1	.082
Wv				1

Tableau 3. Matrice des corrélations entre paramètres morphométriques du lot 18. Allongement et émoussé sont des notions indépendantes, tandis que le déficit isopérimétrique tend à confondre ces deux aspects. La corrélation de l'émoussé (Wv) avec la taille (D_{Eq}) s'explique par la moindre résolution des contours des fines particules.

V. CONCLUSIONS

L'analyse d'images est un complément indispensable aux techniques traditionnelles dans la caractérisation des matériaux granulaires. La mesure conjointe des propriétés granulométriques et morphométriques d'un produit permettent de mieux comprendre les lois de comportement de ces matériaux. L'analyse complète des corrélations devra nécessairement se faire dans un espace multivarié prenant simultanément en considération les variations de taille, d'allongement, de rugosité, de composition, etc. Le recours à une formalisation statistiquement indépendante des différentes notions morphologique est un préalable indispensable à ce genre d'études.

REFERENCES

- (1) Norme EN 1235, Engrais solides – tamisage de contrôle, (1995)
- (2) Norme EN 12047, Engrais solides – Mesurage de l'angle, (1996)
- (3) Norme EN 1236, Engrais– Détermination de la masse volumique sans tassement, (1995)
- (4) Norme EN 1237, Engrais– Détermination de la masse volumique après tassement, (1995)
- (5) Coster M. et Chermant J.L., Précis d'Analyse d'Images, Ed. CNRS (1989)
- (6) Medalia A., Dynamic shape factors of particles, Powder Technol, 4 (1970)
- (7) Pirard E., Shape processing and analysis using the calypter, J. Micr., 175, 214-221 (1994)
- (8) Pirard E., The holodisc distance transform and its applications in image analysis, Microscopy Microanalysis and Microstructures, 7, 453-460 (1999)
- (9) Serra J., Image Analysis and Mathematical Morphology, Ac. Press. (1982)
- (10) Wadell H.A., Volume shape and roundness of rock particles, Am. J. Geol. ,40, 443-451 (1932)