

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR - ANNABA
BADJI MOKHTAR – ANNABA UNIVERSITY



جامعة باجي مختار – عنابة

Faculté de Technologie
Département Génie des procédés
Domaine : Science et technologie
Filière : Génie des procédés
Spécialité : Génie Chimique

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master

**Suivi, analyse physico-chimique et contrôle de la
qualité de la fabrication des engrais NPK(3x15) à
FERTIAL -ANNABA**

*Présenté par : Abbaz Imen
Belkacemi Chaima*

Dirigé par: Prof, Zabat Nacéra

Jury de Soutenance

CHELGHOU M Nadjat	MCB	Université Badji Mokhtar Annaba	Président
ZABAT Nacéra	Prof	Université Badji Mokhtar Annaba	Rapporteur
GHODBANE Ilhem	MCA	Université Badji Mokhtar Annaba	Examineur

Année Universitaire : 2022/2023

Remerciements

Nous voulons avant tout remercier DIEU, sans lui le Tout puissant, le Très Miséricordieux rien de tout cela ne serait possible.

En second lieu, nous souhaitons remercier notre directrice de mémoire Madame ZABAT NACERA notre directrice du mémoire, Professeur au département de Génie des Procédés de l'université Badji Mokhtar Annaba, qui nous a accordé sa confiance, son temps précieux et ses conseils pour mener à bien ce projet de fin d'étude.

Un grand merci aux membres du jury et l'ensemble des enseignants qui nous ont fait l'honneur de participer à l'évaluation de ce travail. Et aussi nous remercions toute personne nous a accueilli et aider au complexe FERTIAL durant la période de stage, notamment messieurs MOKHTARI Tarek (chef de structure), KERKOUR REDOUANE, l'équipe du laboratoire et la responsable de la bibliothèque M^{me} KARIMA.

Je tiens également à remercier mon oncle Pr. ABBAZ Tahar et sa femme Pr. BENDJEDDOU Amel vice-rectrice des relations extérieures à l'université de Souk-Ahras, pour tous les efforts et les sacrifices qu'ils n'avaient jamais cessé de consentir, ils ont toujours su se rendre disponible malgré leurs nombreuses responsabilités.

Nous remercions enfin nos familles respectives, BELKACEMI et ABBAZ, de nous avoir encouragés tout le long de la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Nos chers parents, sachez que vous êtes les meilleurs parents qu'une personne peut avoir, si nous avions à choisir nos parents nous vous aurions choisi. Vous nous avez donné tout votre amour, votre temps, vous étiez toujours à notre côtés pour nous reconforter, nous soutenir, et nous épauler.

Vous avez fait de votre mieux pour nous donner une bonne éducation, pour nous rendre heureuse, et pour que nous soyons les meilleures de tous. Nous voulions réussir pour vous, pour vous rendre heureux. Nous remercions Dieu jour et nuit parce qu'il nous a donné des parents comme vous.

Nous dédions ce travail en premier lieu :

À nos parents que dieu les garde

À nos frères

À nos deux familles

À toute nos amies et Narimen exceptionnel

Résumé

L'objectif de ce travail est le suivi, l'analyse physico-chimique et le contrôle de qualité de la fabrication des engrais NPK (3x15) à l'entreprise Fertial-Annaba.

Un suivi approfondi de toutes les phases de la production des engrais NPK a été réalisé ainsi qu'une bonne maîtrise des techniques opératoires.

Les analyses physico- chimique effectuées sur le produit fini lors du contrôle de la qualité ont révélé plusieurs anomalies où les valeurs obtenues peuvent s'écarter de la norme par rapport aux spécifications de conception P_2O_5 , K_2O , PH, H_2O et enrobage dont nous proposerons quelques solutions tels que : l'amélioration de la qualité de la matière première et l'utilisation des technologies avancées.

Mots clés : engrais, procédé NPK, méthodes d'analyse, engrais NPK (3x15)

SOMMAIRE	page
Remerciement	
Résumé	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale	1
Chapitre I : Présentation du complexe FERTIAL	
I.1. Introduction	4
I.2. Historique	4
I.3. Localisation de l'usine	5
I.4. Les différentes unités de l'entreprise FERTIAL	5
I.4.1 Les activités des unités au niveau FERTIAL	6
I.5. Objectifs de l'entreprise	6
I.6. Certification pour l'usine FERTIAL	7
I.7. Laboratoire contrôle et environnement	7
Conclusion	8
Chapitre II : Généralités sur les engrais	
II.1. Introduction	9
II.2. Définition des engrais	9
II.3. Les différents types d'engrais	9
II.4. Les éléments fertilisants des engrais	11
II.4.1 Les composants majeurs principaux	11
II.4.2 Les composants majeurs secondaires	12
II.4.3 Les composants mineurs ou oligoéléments	13
II.5. Mode d'application d'engrais	13
II.6. Avantage des deux grands types d'engrais	14
II.7. Les effets néfastes des engrais	15
II.8 Les engrais phosphaté	15
II.9 Les engrais NPK	17
II.10 Conclusion	18
Chapitre III : Procédés de fabrication des engrais NPK	
III.1. Introduction	21
III.2. Procédé de fabrication des engrais NPK	21
III.2.1 Préparation de la matière première	22
III.2.2. Préparation de la bouillie	23
III.2.3 Granulation et séchage	24
III.2.4. Classification	25
III.2.5 Refroidissement	26
III.2.6. Enrobage	26
III.2.7. Recyclage	27
III.2.8 Stockage	28

III.2.9. Assainissement et lavage des gaz	28
III.3. Conclusion	29
Chapitre IV : Analyses des paramètres physico - chimiques des engrais NPK 3x15 au niveau du laboratoire de FERTIAL	
IV.1. Introduction	30
IV.2. Spécifications finales du produit (NPK 3*15)	30
IV.3. Les Analyses physico-chimique du produit fini et les résultats	30
IV.3.1. Détermination du pH	31
IV.3.2. Détermination le taux d'humidité	32
IV.3.3. Détermination de la dureté	33
IV.3.4. Détermination le taux d'azote P ₂ O ₅ totale	34
V.3.5. Détermination du P ₂ O ₅ Soluble l'eau	36
IV.3.6. Détermination de l'azote ammoniacal	36
IV.3.7. Détermination de l'azote totale	38
IV.3.8. Détermination le taux d'granulométrie	38
IV.3.9. Détermination de taux K ₂ O	40
IV.3.10. Détermination de taux d'enrobage	41
IV.4. Conclusion	42
Chapitre V : Interprétation des résultats d'analyses	
V.1. Introduction	44
V.2. Détermination de la dureté, l'humidité et le pH dans le produit fini NPK	44
V.3. Détermination de l'azote totale et ammoniacal dans le produit fini NPK	46
V.4. Détermination de P ₂ O ₅ totale et soluble d'eau dans le produit fini NPK	48
V.5. Détermination de K ₂ O et l'enrobage dans le produit fini NPK	50
V.6. Détermination de l'granulométrie dans le produit fini NPK	51
V.7. Recommandations et discussion	53
V.8. Conclusion	54
Conclusion générale	55

Liste des figures

	Titre	page
Figure I.1	Vue générale de l'entreprise FERTIAL	4
Figure I.2	Situation géographique du complexe FERTIAL Annaba	5
Figure II.1	Exemple d'engrais chimique	10
Figure II.2	Exemple d'engrais organique	10
FigureII.3	cycle de l'azote dans l'agriculture	11
Figure II.4	Effet de phosphate sur les deux plantations	11
Figure II.5	Les besoins nutritifs	13
Figure II.6	Principe de fabrication des engrais phosphatés	16
Figure II.7	Principe de fabrication NPK	17
FigureIII.1	Processus général de fabrication des engrais NPK	21
Figure III.2	Schématisme simplifié des cuves d'attaque	23
Figure III.3	Granulateur	25
Figure III.4	Tamis de classifications	25
Figure III.5	Stockage de l'huile d'enrobage	26
Figure III.6	Produit NPK demi fini de recyclage	27
Figure III.7	Circuit de recyclage.	27
Figure III.8	Tapis de transport des grains	28
Figure III.9	Produit fini dans hall de stockage.	29
Figure IV.1	pH-mètre	31
Figure IV.2	L'appareil d'analyse pour calculer le taux d'humidité	33
Figure IV.3	Duro-mètre	33
FigureIV.4	Préparation du protocole opératoire pour la mesure du taux du P ₂ O ₅ total.	34
FigureIV.5	L'échantillon après refroidissement	35
Figure IV.6	Spectrophotomètre	35
Figure IV.7	Appareil de distillation de l'azote	37
Figure IV.8	Une rangé de tamis sur une machine à tamiser	39
Figure IV.9	Spectrophotomètre à flamme	40
Figure IV.10	Image prise du creuset après étuvage	41
Figure V.1	La valeur du pH du produit fini NPK en fonction de la date	44
FigureV.2	Evolution de la dureté du produit fini NPK en fonction de la date	45
FigureV.3	évolution de taux d'humidité % du produit fini en fonction de la date	45
Figure V.4	la variation du pourcentage d'azote tt en fonction de la date d'analyse	47
Figure V.5	la variation du pourcentage d'azote ammoniacal en fonction de la date d'analyse	47
Figure V.6	la variation du pourcentage de P ₂ O ₅ % pendant 15 jours d'analyse	48
Figure V.7	la variation du pourcentage de P ₂ O ₅ % soluble d'eau en fonction de la date d'analyse	49
Figure V.8	la variation du pourcentage de K ₂ O % en fonction de la date d'analyse	50
Figure V.9	la variation du taux d'enrobage % en fonction de la date d'analyse	51
Figure V.10	Tailles de grains du produit fini NPK en fonction de série des tamis	52

Liste des tableaux

	Titre	page
Tableau I.1	Eléments essentiels pour les engrais	12
Tableau III.1	Les valeurs opératoires au niveau de la section des cuves d'attaques	24
Tableau IV .1	Spécification des paramètres physico-chimiques	30
Tableau IV .2	Température et temps de réglage correspondant à chaque type d'engrais	32
Tableau IV .3	Résultats de mesures de la dureté	34
Tableau IV.4	résultats d'une analyse granulométrie dans le produit fini	39
Tableau IV.5	Suivi d'analyses physico-chimiques des paramètres du produit fini NPK (3×15) à la sortie de l'unité de production	42
Tableau V.1	Analyses de la dureté, l'humidité et le pH dans le produit fini NPK	44
TableauV.2	Analyse de l'azote total et ammoniacal dans le produit fini NPK	46
TableauV.3	la variation du pourcentage du P ₂ O ₅ totale et soluble d'eau dans le produit fini NPK	48
TableauV.4	la variation du pourcentage du K ₂ O et l'enrobage par rapport aux normes spécifiques minimales et maximales	50
Tableau V .5	Analyse granulométrique dans le produit fini NPK triple 15	52

Liste de l'abréviation

N	Azote
P	Phosphor
K	Potassium
CO ₂	Dioxyde de potassium
UAN	Urée nitrate ammonium
TSP	Triple super phosphate
SSP	Superphosphate simple
Alliage devarda	agent réducteur se forme poudre en chimie analytique, en particulier pour la détermination de la quantité d'azote dans des nitrites et des nitrates . [aluminium . (44 - 46 %), de cuivre (49 - 51 %) et de zinc (4 - 6 %).]
Tashiro	Réducteur de solution de forme bleu de méthylène
NPK	engrais azoté phosphaté potassique
SSP	phosphate super simple
NPK	engrais azoté phosphaté potassique
%H ₂ O	Percentage d'humidité.
P ₂ O ₅ (SE+ST)	Anhydre phosphorique soluble d'eau et totale
CAN	Nitrate de calcium

Introduction générale

Introduction générale

Le sol est la région la plus superficielle de la croûte terrestre, constamment remaniée par les agents atmosphériques (pluie, vent, alternances chaud, froid etc.) et contient aussi des êtres vivants qu'il abrite (bactéries, champignons, vers, protistes et autres) et qui y jouent un rôle important. La sève brute est composée d'eau, de sels minéraux dissociés en ions (PO_4 , SO_4 , NH_4 , NO_3 , Ca, Mg, K, Na), d'oligoéléments et de micro substances organiques assimilables [1].

La nutrition végétale est l'ensemble des processus qui permettent aux végétaux d'absorber dans le milieu ambiant et d'assimiler les éléments nutritifs nécessaires à leurs différentes fonctions physiologiques : croissance, développement, reproduction etc. À l'instar des autres êtres vivants, les plantes se nourrissent à la fois pour se procurer de l'énergie et pour se procurer les matériaux nécessaires à sa construction. Les plantes ont besoin de deux types d'éléments nutritionnels : les macroéléments et les oligoéléments.

Chaque année l'enlèvement des récoltes extrait des champs des quantités importantes de sels minéraux (nitrate, phosphate, sulfate, potassium, magnésium, etc.) : en conséquence, les sols s'épuisent en ces éléments. Aussi, pour éviter des carences, ces sels minéraux doivent être restitués, sous forme de fumure organique (fumier, compost, etc.) ou minérale (engrais).

On entend par engrais tous les composés minéraux et organiques qu'on ajoute au sol et qui sont destinés à être acheminés directement ou indirectement vers les plantes alimentaires [2]. Les engrais tout produit contenant au moins 05% ou plus de l'un ou plus des trois principaux éléments nutritifs des plantes (N, P_2O_5 , K_2O), fabriqué ou d'origine naturelle. Les engrais issus de fabrication industrielle sont appelés les engrais minéraux [3]. Autrement dit, toute matière fertilisante organique ou minérale incorporée au sol pour en accroître ou en maintenir la fertilité, apportant notamment aux végétaux les éléments qui leur sont directement utile [4].

L'emploi d'engrais azotés et phosphatés, notamment, permet de maximiser la production végétale et d'éviter les famines des siècles passés. L'agriculture est donc le principal consommateur des engrais. La population mondiale devrait atteindre 10,9 milliards d'habitants d'ici la fin du siècle. Cette pression pousse les producteurs à augmenter le rendement des cultures, ce qui constitue une approche plus écologique de la production alimentaire que la déforestation. Si l'on ajoute à cela la demande de biocarburants, dont une grande partie provient actuellement des cultures, il apparaît clairement que les besoins en engrais chimiques sont plus importants que jamais. Actuellement les recherches s'orientent vers la matérialisation d'une fertilisation minérale raisonnée dans des conditions économiquement rentables et respectueuses de l'environnement. Ces approches doivent de plus s'inscrire dans le cadre d'une agriculture durable.

FERTIAL est le leader national des fertilisants, c'est une société productrice d'ammoniac où une partie de cette production est réutilisée pour la production d'une gamme variée d'engrais azotés et phosphatés destinée à couvrir une grande partie des besoins de

l'agriculture algérienne, l'engrais azoté est produit à partir de gaz naturel. Après plusieurs étapes de transformation, le gaz naturel, essentiellement du méthane, est enrichi par combinaison avec l'azote de l'air, pour former l'ammoniac. 80% du gaz naturel est utilisé comme matière première pour fabriquer cet engrais, tandis que 20% sert à produire de la chaleur entretenant la réaction ainsi que de l'électricité. En combinant l'un des deux principaux types d'engrais que sont le nitrate d'ammonium et l'urée, avec d'autres éléments comme le phosphore et le potassium, on forme des engrais complexes NPK. Le nitrate d'ammonium associé à une charge. L'urée mélangée à une solution de nitrate d'ammonium produit de la solution azotée [5].

Dans cette optique, nous avons réalisé un court stage au niveau de FERTIAL SPA Annaba et plus précisément au service production et contrôle de qualité afin de suivre les différentes étapes et processus de fabrication des engrais, dont notre mémoire est structuré comme suit :

Le premier chapitre est consacré à une brève présentation du complexe FERTIAL. Ensuite, un aperçu bibliographique sur les engrais de manière générale (définition, utilisation, types, engrais phosphatés et des engrais complexes (NPK)...etc.) sera détaillé dans le deuxième chapitre. Dans le troisième chapitre nous présenterons le processus de fabrication des engrais de formule NPK (3×15). Suivi par le chapitre quatre où nous exposerons les différentes analyses et paramètres physico-chimiques effectuées, à savoir le pH, le taux d'humidité, le pourcentage d'enrobage, la dureté et le pourcentage de K_2O . Le dernier chapitre résume les différents résultats obtenus ainsi que leurs interprétations et nous terminerons par une conclusion générale.

Références bibliographiques

- [1] Y ; COÏC & M ; COPPENET, Les oligo-éléments en agriculture et élevage, 1^{ère} édition, **1989**
- [2] C ; BLIEFERT & Y ; PERRAUD, Chimie de l'environnement : Air, eau, sols, déchets, 2e édition, **1997**
- [3] Anonyme, ANAT : Dossier agro-pédologique, schéma directeur des ressources en eau (Biskra).Schéma synoptique de l'AEP : 50 p, **2003**
- [4] M ; MAZOYER, Histoire des agricultures du monde. Du néolithique à la crise contemporaine, Paris : Éditions du Seuil, **2002**
- [5] <https://www.fertial-dz.com/>

Chapitre I
Présentation du complexe
FERTIAL

I. Introduction

Actuellement, FERTIAL est le leader national des fertilisants, c'est une société spécialisée dans la production et la commercialisation d'engrais et ammoniac.

I.1. Historique

Le complexe d'engrais phosphatés et azotés d'Annaba a été construit en 1972 par la société SONATRACH dans le but de satisfaire les besoins du pays en fertilisants et éventuellement exporter les excédents.

En 1985 suite à la restructuration de SONATRACH, ASMIDAL a été créé pour prendre en charge la production, la commercialisation et le développement des activités en engrais.

En 1997 L'E.P. E ASMIDAL a retenu dans son plan de restructuration la filialisation des deux plates-formes de production d'Annaba et d'Arzew, c'est ainsi qu'en l'an 2000 les filiales Alzofert (Arzew) et Fertial (Annaba) ont vu le jour.

Le 04/08/2005, ASMIDAL et le Groupe Vilar Mir (Espagnol) ont conclu un accord de partenariat pour les deux plates-formes (Arzew) et (Annaba) réservant une majorité de 66% à la partie espagnole.

En 2017 : rattachement du groupe ASMIDAL, ses participations et l'entreprise FERTIAL du secteur de l'industrie et des mines au ministère de l'énergie, groupe SONATRACH, par la résolution du CPE n 12/154 du 12/10/2017.



Figure I.1 : Vue générale de l'entreprise FERTIAL

I.2. Localisation de l'usine

L'usine est située à 04 km à l'est de la ville d'Annaba, elle est limitée par :

- ❖ L'Oued Seybouse et la cité Sidi Salem à l'Est,
- ❖ La cité Seybouse à l'Ouest,
- ❖ La mer méditerranée au Nord,
- ❖ La route nationale n°44 et la plaine d'Annaba au Sud.



Figure I.2 : Situation géographique du complexe FERTIAL-Annaba

I.3. Différentes unités de l'entreprise FERTIAL

Divisée en deux zones :

- **Zone sud (Engrais phosphatés) :** Lancée le 03/03/1969 en coopération avec la société française Krebs, elle est entrée en production le 15/05/1972. Elle comprend :
 - Atelier simple super phosphaté SSP).
 - Atelier des engrais NPK.
- **Zone nord (Engrais azotés) :** Créée en 1975 en coopération avec la société Creusot Loire Kellogg et Krebs, elle est entrée en production en 1982 (unité acide nitrique et nitrate d'ammonium). L'unité ammoniacque est entrée en production en 1987. Elle comprend :
 - Centrale utilité I, II.
 - Unité d'ammoniac NH_3 .
 - Unité d'acide nitrique HNO_3 .

- Unité de nitrate d'ammonium NH_4NO_3 .
- Installation de manutention et de stockage.

I.3.1 Activités des unités au niveau FERTIAL

✓ Unité d'ammoniac NH_3

Cette unité est spécialisée dans La production d'ammoniac liquide anhydre avec 99% de pureté. L'unité est dotée d'une ligne de production avec capacité de 1000t/j. la majeure partie de produit est destinée pour l'exportation, le reste est utilisé comme matière première dans d'autre production des fertilisants.

✓ Unité d'acide nitrique HNO_3

L'unité est destinée à la production d'acide nitrique concentré à 57% avec une capacité de 800t/j.

✓ Unité de nitrate d'ammonium NH_4NO_3

Sa capacité est de 500t/j, les principaux produits de l'unité sont le nitrate d'ammonium liquide et solide.

✓ Unité SSP

Sa capacité de production est de 800 t/j. Elle est spécialisée pour produire le SSP liquide. Le produit issu de l'unité est orienté vers l'unité NPK pour la granulation.

✓ Unité NPK

L'unité est conçue pour production des fertilisants avec une capacité de 1050t/j.

✓ Centrale utilité I et II

L'unité est conçue pour fournir le complexe en électricité, eau dessalée, eau déminéralisée et vapeur.

I.5. Objectifs de l'entreprise

Dans le cadre du développement économique et social du pays, l'entreprise est chargée De :

- Promouvoir et développer l'industrie des engrais.
- Exploiter, gérer et rentabiliser les moyens humains, matériels et financiers, dont elle dispose en vue de :
 - Satisfaire le marché en matière d'engrais pour l'amélioration du rendement de l'agriculture.
 - Développer la coopération dans le cadre de la diversification des partenaires afin de mieux assurer la continuité de la production.

I.6. Certification pour l'usine FERTIAL

L'entreprise FERTIAL est certifiée selon : La norme ISO 9001, c'est une norme de la série ISO 9000 qui définit les exigences organisationnelles essentielles à la création d'un système de gestion de la qualité dans une entreprise. La norme ISO 14001 qui est la plus utilisée de la série des normes ISO 14000 concernant la gestion de l'environnement. L'OHSAS 18001, une norme de sécurité et de santé au travail qui prévoit la gestion des risques afin de réduire le nombre d'accidents conformément à la législation et d'améliorer les performances de l'entreprise en établissant un système de gestion de la santé et la sécurité au travail.

I.7. Laboratoire contrôle et environnement

FERTIAL dispose d'un important laboratoire d'analyses agronomique et d'un laboratoire technique qui sont au service de la recherche de la qualité, du développement et de la promotion de l'agriculture algérienne.

Une équipe composée principalement d'ingénieurs chimistes, est quotidiennement au service du contrôle de qualité des produits et de rejets et du développement de l'agriculture notamment grâce à son savoir-faire dans l'analyse des sols, des eaux et des végétaux.

Sa capacité d'analyse et de 10.000 échantillons par an. L'objectif majeur de ces laboratoires, dont le coût d'acquisition s'élève à 1,2 millions de dollars, est d'ouvrir par des moyens scientifiques et technologiques à l'amélioration des rendements de différentes cultures à travers les analyses d'échantillons, interprétation des résultats et la recommandation de fumures appropriées.

Ils sont spécialisés aussi dans la :

- Préparation des solutions et courbes d'étalonnage.
- Analyse des eaux (pH, conductivité...).
- Analyse des engrais (pH, dureté, granulométrie, humidité, azote total, azote ammoniacal, phosphore P_2O_5 , potasse K_2O , enrobant).
- Analyse des huiles et produits chimiques.
- Analyse des gaz processus.
- Analyse des matières premières (acide phosphorique et sulfurique, phosphore, potasse...).
- Analyse des rejets liquides et atmosphériques.

Le laboratoire dispose de:

- Appareils de distillation d'azote.
- Chromatographe.
- Spectromètres.

- Analyseurs d'humidité.
- pH- mètre.
- Duro-mètre.
- Matérielles verrières et d'autres classiques.
- Magasin des produits des produits chimiques.

Conclusion

Le complexe d'engrais phosphatés et azotés d'Annaba (FERTIAL) tourne 24 heures sur 24, 7 jours sur 7. Il ne s'arrête qu'une fois par an pour les travaux de maintenance et la modernisation des installations. D'immenses zones de stockage contiennent des stocks suffisants pour assurer le flux tendu des livraisons et amortir les variations de la demande. Le complexe utilise les meilleures technologies disponibles et sont toutes certifiées aux normes internationales les plus récentes :

- ISO 9001 (Qualité)
- ISO 14001 (Environnement)
- OHSAS 18001 (Santé et Sécurité)

Des contrôles quotidiens garantissent une qualité mécanique et chimique constante. La traçabilité complète de chaque lot de fabrication est garantie à tout instant

Chapitre II
Les engrais et leurs
Différentes formes

II.1 Introduction

Les engrais font partie, avec les amendements, des produits fertilisants. La fertilisation se pratique en agriculture et lors des activités de jardinage. Les engrais furent utilisés dès l'Antiquité, où l'on ajoutait au sol, de façon empirique, les phosphates des os, calcinés ou non, l'azote des fumures animales et humaines, le potassium des cendres [6,7]. L'utilisation des engrais est très ancienne, et date probablement du tout début de l'agriculture et de l'élevage. L'homme a dû constater que les plantes poussant sur la fumure fraîche des déjections animale avaient une croissance plus rapide que les autres, et il s'est donc servi des fumiers divers (dont ceux des humains) pour récolter plus. C'est d'ailleurs là toute l'histoire de l'humanité : l'utilisation du fumier pour enrichir le sol a été une des causes de la sédentarité de l'agriculteur éleveur et par conséquence, du développement des infrastructures, maisons, fermes, outillage etc.

II.2. Définition des engrais

Les engrais sont des substances, le plus souvent des mélanges des éléments minéraux destinées à apporter aux plantes des compléments des éléments nutritifs de façon à améliorer leur croissance, et à augmenter le rendement des cultures et à la qualité des produits. Ils sont majoritairement composés de l'azote (N), du phosphore (P) et du potassium (K) [8]. Ces éléments peuvent exister naturellement dans le sol ou y sont apportés artificiellement sous différentes formes :

- Sous une forme stable dans la solution du sol. Ces engrais sont presque immédiatement utilisés par la plante.
- Sous forme de cations ou d'anions échangeables fixés par le complexe adsorbant du sol. Ces ions sont progressivement mis à la disposition de la plante.

II.3. Différents formes d'engrais

On distingue généralement trois formes d'engrais : organiques, minéraux, orga-minéraux.

✓ Engrais chimiques

Les engrais chimique (appelé aussi engrais de synthèse), ils contiennent généralement une forte concentration de quelques éléments nutritifs seulement, et cette concentration est strictement contrôlée. Normalement, l'engrais est offert dans une forme soluble qui est très rapidement disponible pour l'absorption par les cultures. Toutefois, un certain nombre d'engrais (à efficience améliorée) sont disponibles sur le marché, on utilise soit un enrobage ou des traitements chimiques afin de ralentir la libération des éléments nutritifs dans la solution, ou pour ralentir leur transformation chimique



Figure II.1 : Exemple d'engrais chimique [11]

✓ Engrais organiques

Les engrais organiques proviennent de la transformation de déchets végétaux et animaux. Ils peuvent être élaborés à partir de fumier, de lisier, de produits animaux (guanos, plumes et poils, sang desséché, corne), de produits végétaux tels que les mélasses ou récupérés par l'intermédiaire d'un compostage de végétaux. Utiliser des engrais organiques rentre dans une démarche de retour au sol de la matière organique et de logique globale d'exploitation dans le cas où ces engrais sont produits sur l'exploitation ou sur des exploitations voisines (on parle alors plutôt d'« engrais de ferme »). A cause de la spécialisation de certaines exploitations en productions végétales (avec disparition totale de toute production animale), nombre d'exploitations n'utilisent plus d'engrais de ferme. Elles n'utilisent pas non plus d'engrais organiques mais uniquement des « engrais de synthèse » dont le coût est inférieur mais qui ne sont pas exempts de conséquences sur l'environnement [12].



Figure II.2 : Exemple d'engrais organique [13]

✓ Engrais organo-minéraux

Les engrais organo-minéraux sont des engrais à action douce et soutenue résultant du mélange d'engrais minéraux et d'engrais organique. Les matières organiques azotées représentent généralement 25 à 50 % des produits finis. Les autres constituants du fertilisant, sels simples et minéraux (apportant l'azote, le phosphore et le potassium) sont dilués dans la matière organique [14].

II.4. Composants fertilisants des engrais

II.4.1 Composants majeurs principaux

Les macro- éléments sont ceux qui sont requis en grande quantité par la plante afin d'assurer sa croissance et son développement. Les éléments majeurs sont l'azote, le phosphore et le potassium [15].

- **Azote (N) :** Son rôle dans la croissance est multiple chlorophylle, La faim d'azote s'extériorise par un jaunissement des feuilles. Au contraire, une plante riche en azote est vert foncé et a un développement foliaire exubérant. N est donc le facteur déterminant les gros rendements.

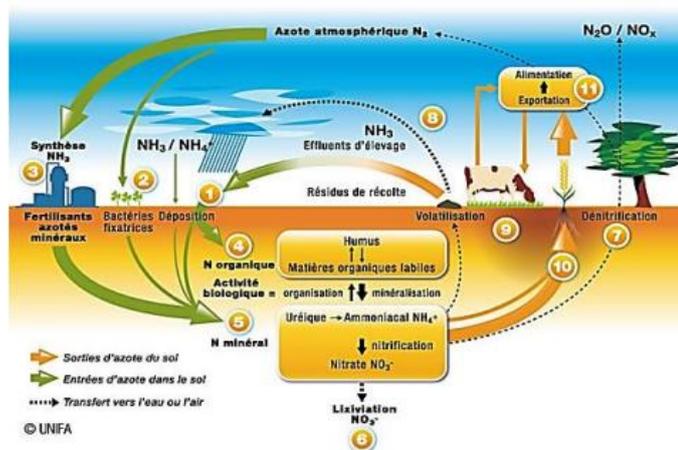


Figure II.3 : cycle de l'azote dans l'agriculture [16]

- **Phosphore (P –P₂O₅) :** Son rôle est très diversifié car il intervient dans toutes les réactions biochimiques des tissus. Il favorise dans une large mesure le développement du système racinaire : rapidité de croissance, précocité, résistance. La déficience entraîne un nanisme des plantes. Elle s'extériorise par des symptômes sur feuille qui sont en général les suivants - feuilles étroites, dressées et vert foncé, - mort prématurée des feuilles avec dessèchement des bords.



Figure II.4 : Effet de phosphate sur les deux plantations [16]

- **Le potassium (K et K₂O)** : Son rôle est très important à différents niveaux : - il régule la respiration et le bilan hydrique interne, - il contribue à la formation et au transport des hydrates de carbone, - il participe à la formation de protides, de sucres et d'autres produits. Sa carence s'extériorise par des jaunissements sur feuille et des chutes prématurées : dessèchement caractéristique des bords de feuilles. Également des feuilles rabougries et rougeâtres. Dans le sol, la potasse est fournie par le complexe échangeable.

II.4.2. Composants majeurs secondaires

Les éléments nutritifs secondaires sont ceux qui sont requis en quantités modérées et qui risquent moins de limiter la croissance des végétaux. Ils comprennent entre autres le calcium, le magnésium et le soufre [15].

- **Calcium** : Joue un rôle capital dans la structure des végétaux car il entre dans la composition des cellules et les soude entre elles. Participe au développement racinaire et à la maturation des fruits et des graines. Est présent dans les zones de croissance des plantes (apex et bourgeons).
- **Magnésium** : Élément central de la chlorophylle. Contribue à la maturation des fruits et à la germination des graines. Renforce les parois cellulaires et favorise l'absorption du phosphore, de l'azote et du soufre par la plante.
- **Soufre** : Entre dans la composition de plusieurs protéines, enzymes et vitamines. Intervient dans la formation de la chlorophylle. Favorise le transport du potassium, du calcium et du magnésium dans la plante [17].

Tableau I.1 : Eléments essentiels pour les engrais [8].

Elément	Exprimé par :	Notes explicatives
Carbone	C	Les éléments 1 -3 existent & peuvent être récoltés de façon individuelle
Hydrogène	H	
Oxygène	O	
Nutriments Primaires		
Azote	N	Existent individuellement. Le Phosphore & le Potassium sont extrêmement volatiles et ainsi existent en forme oxydée. Ils réagissent très rapidement avec l'oxygène.
Phosphore	P ₂ O ₅	
Potassium	K ₂ O	
Nutriments Secondaires		
Soufre	S	Les éléments 8 -9 existent en oxydes
Calcium	CaO	
Magnésium	MgO	
Oligo-éléments		
Boron	B	Ceux ci peuvent exister individuellement
Cuivre	Cu	
Fer	Fe	
Zinc	Zn	

II.4.3. Composants mineurs ou oligo-éléments

Les oligo-éléments sont des éléments indispensables au bon fonctionnement du métabolisme de la plante mais dans des proportions relativement faibles. Ils ont des rôles essentiellement catalytiques et métaboliques. Leurs points communs, c'est leur possibilité d'être chélaté c'est à dire d'être lié à des molécules organiques stables facilement assimilable pour la plante et également la possibilité de changer de valence comme en agriculture, on compte généralement six principaux oligo-éléments :

- **Fer (Fe)** : Élément indispensable à la formation de la chlorophylle. Participe aussi à la constitution de certaines enzymes et acides aminés.
- **Bore (B)** : Élément nécessaire au bon fonctionnement de l'ensemble de la plante et à la croissance des tissus. Favorise la formation des fruits et participe à l'absorption de l'eau
- **Manganèse (Mn)** : Favorise la germination des semences et accélère la maturation des plants. Joue un rôle important dans la photosynthèse en participant à la formation de la chlorophylle. Est nécessaire au métabolisme de l'azote et à la formation des protéines.
- **Molybdène (Mo)** : Élément indispensable à l'assimilation de l'azote par les plantes et les bactéries fixatrices d'azote.
- **Chlore (Cl)** : Stimule la photosynthèse.
- **Cuivre (Cu)** : Activateur de plusieurs enzymes. Joue aussi un rôle dans la formation de la chlorophylle. Zinc (Zn) : Joue un rôle important dans la synthèse des protéines, des enzymes et des hormones de croissance [17].

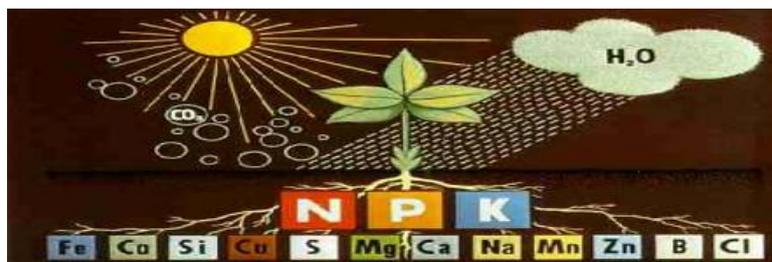


Figure II.5 : Les besoins nutritifs [17]

II.5. Mode d'application d'engrais

La méthode d'application des engrais est une composante essentielle des bonnes pratiques agricoles. La quantité d'éléments nutritifs prélevée par la plante et le rythme de son prélèvement dépendent de plusieurs facteurs tels que la variété végétale, la date de semis, la rotation culturale, les conditions du sol et de climat. Pour suivre de bonnes pratiques agricoles, l'agriculteur choisit judicieusement la période d'apports des engrais et les quantités nécessaires afin que le maximum d'éléments nutritifs soit utilisé par la plante. Afin d'assurer une efficacité optimale dans l'utilisation des engrais et de minimiser les risques potentiels de

pollution environnementale, l'agriculteur doit faire rapprocher, dans la mesure du possible, l'application des éléments nutritifs (engrais) dès le moment où la culture en a besoin [18].

Ceci est d'une importance capitale pour les éléments mobiles tels que l'azote, élément qui peut être facilement lessivé du profil du sol, s'il n'est pas prélevé par les racines des plantes. Dans les cas d'épandage d'urée et de phosphate d'ammonium, des pertes pourraient avoir lieu sous forme de volatilisation de gaz d'ammoniac. En cas d'absence de pluie ou d'irrigation après leur apport pour les faire pénétrer dans le sol, ces deux types d'engrais doivent être enfouis dans le sol immédiatement après leur application. Ceci est d'une importance capitale pour les sols alcalins (sols calcaires). Tous les macroéléments et tous les éléments secondaires doivent être incorporés (enfouis dans le sol) immédiatement après leur application dans les régions où l'on prévoit des chutes de pluie intensives, afin d'éviter les pertes par ruissellement et érosion. Lors de l'épandage des engrais à la volée, il faut prendre des précautions extrêmes afin que les doses exactes soient apportées et que la distribution des éléments nutritifs soit uniforme. Si on utilise des équipements d'épandage, il est absolument nécessaire qu'ils soient convenablement réglés pour assurer un épandage uniforme et appliquer les doses exactes fixées. Il faut aussi assurer un bon entretien de ces équipements [18].

II.6. Avantages des deux grandes formes d'engrais

II.6. 1. Engrais organiques

Les engrais organiques fournissent une série de nutriments nécessaires, les principaux étant la formule NPK : azote, phosphore et potassium. Ils améliorent la structure et les propriétés du sol en lui donnant force, résistance, structure et aération. De plus, sa capacité à absorber l'eau et la fixation du carbone en elle augmente également positivement. Sa production ne génère guère de dépense énergétique et constitue une solution plus économique.

Ils ont un effet régulateur sur la température du sol et empêche une évaporation excessive en aidant à maintenir l'humidité du sol. Alors ils permettent de profiter des déchets organiques favorisant l'économie circulaire [19].

II.6. 2. Engrais minéraux

L'engrais chimique est aujourd'hui le plus utilisé dans l'agriculture, s'il est bien plus rentable que l'engrais organique, c'est parce qu'il permet une amélioration spectaculaire des rendements agricoles pour un faible coût. Il existe un type d'engrais chimique particulièrement avantageux : l'engrais à diffusion lente. Pour les agriculteurs (ou jardiniers) qui utilisent des engrais chimiques, l'engrais à retardement permet de ne faire qu'un seul épandage au lieu de deux. Cet engrais permet une faible déperdition des nitrates, qui se perdent normalement dans une nappe phréatique. Cette faible déperdition des nitrates permet un gain de rendement de plusieurs quintaux par hectare à dose égale. De plus, l'apport azoté étant découplé de l'irrigation, il permet d'assurer une continuité dans la nutrition [19].

II.7. Effets néfastes des engrais

➤ appauvrissement des sols

L'une des premières conséquences de l'utilisation d'engrais, surtout en cas de surconsommation, est l'infertilité des sols. En effet, ils appauvrissent le sol en raison de leur composition chimique. Les engrais chimiques sont constitués d'acides nocifs.

➤ nocivité pour la santé

Les engrais chimiques semblent très nocifs pour le bien-être des humains et des animaux. Contrairement aux produits biologiques, les aliments produits à l'aide d'engrais chimiques ne sont pas entièrement naturels. Ainsi, les composants chimiques des engrais ont des effets sur la santé humaine et animale.

➤ pollution de l'environnement

Ce n'est plus un secret pour personne, les engrais chimiques contribuent grandement à la pollution de l'environnement. En effet, ils sont nocifs pour l'atmosphère. Les produits chimiques polluent l'air et le rendent irrespirable pour les humains et les animaux. L'homme a besoin de respirer pour sa survie. Nous respirons donc un air pollué par les engrais. Cela endommage souvent les organes respiratoires et le cœur. Par conséquent, les engrais chimiques provoquent des troubles respiratoires et des maladies cardiaques de toutes sortes.

II.8. Engrais phosphatés

II.8.1. Définition des engrais phosphatés

Un engrais phosphaté est un fertilisant riche en phosphore (P). Les engrais phosphatés sont surtout préconisés pour favoriser la production florale des végétaux. Par voie de conséquence, les engrais phosphatés favorisent la fructification, puisque les fruits naissent des fleurs. Leur haute teneur en phosphore est également indispensable au bon développement des graines. Ils ont donc tout naturellement leur place dans tous les types de cultures.

On entend parfois parler de superphosphates qui peuvent être simples, concentrés ou triples. Ils sont le résultat d'un traitement par acide (phosphorique ou sulfurique) de phosphates naturels.

Les engrais phosphatés sont largement utilisés dans le domaine de l'agriculture. Mais les particuliers ont aussi recours aux engrais riches en phosphate pour booster la production des plantes fleuries au jardin d'agrément, favoriser la fructification et la qualité des fruits au verger, augmenter le rendement des légumes au jardin potager [20].

II.8.2. Types des engrais Phosphatés

Il existe deux grands types d'engrais phosphatés :

➤ L'engrais phosphaté minéral

Cet engrais phosphaté d'origine sédimentaire est produit de façon chimique par des industries extractives. En effet, sa production nécessite que les gisements naturels des roches soient exploités. Près de 80 % des besoins européens sont fournis par le Proche Orient et l'Afrique du Nord. Comme tout engrais minéral, l'engrais phosphaté est directement assimilable par les plantes. Il répond donc dans un délai court à certains besoins nutritifs des végétaux. C'est ce type d'engrais riche en phosphates qui est utilisé par l'agriculture conventionnelle, c'est-à-dire à grande échelle [20].

➤ L'engrais phosphaté organique

On dispose aussi d'engrais phosphatés naturels à base de matières organiques comme les os séchés et réduits en poudre par exemple ou encore les déjections de volaille. Ces fertilisants se substituent aux engrais phosphatés chimiques. Tous ces engrais se présentent sous différentes formes : solide, liquide, en poudre, en granulés [20].

II.8.3. Fabrication des engrais phosphatés

La production de l'acide phosphorique à partir de la roche phosphatée [21] est aperçue selon deux voies essentielles, telles que la voie humide et la voie thermique. La figure II.6 récapitule les étapes de fabrication des engrais phosphatés.

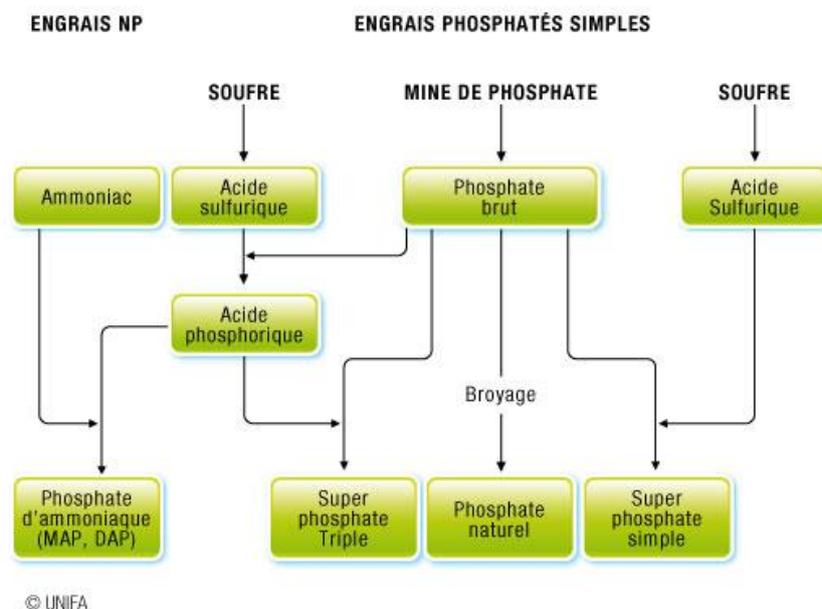


Figure II.6 : Principe de fabrication des engrais phosphatés [22]

II.9. Engrais NPK

II.9.1. Définition des engrais NPK

Par réaction entre matières premières et produits intermédiaires, phosphates naturels, ammoniac, acides nitrique, sulfurique et phosphorique, chlorure et sulfate de potassium, on obtient sous forme de granules.

- Des engrais ternaires NPK.
- Des engrais binaires NP, tels que les phosphates d'ammoniaque.
- Des engrais binaires NK, tels que le nitrate de potassium.

Les engrais NPK sont des fertilisants génériques qui agissent sur le développement de toutes sortes de plantes. En revanche, ils n'agissent pas sur la fertilité du sol.

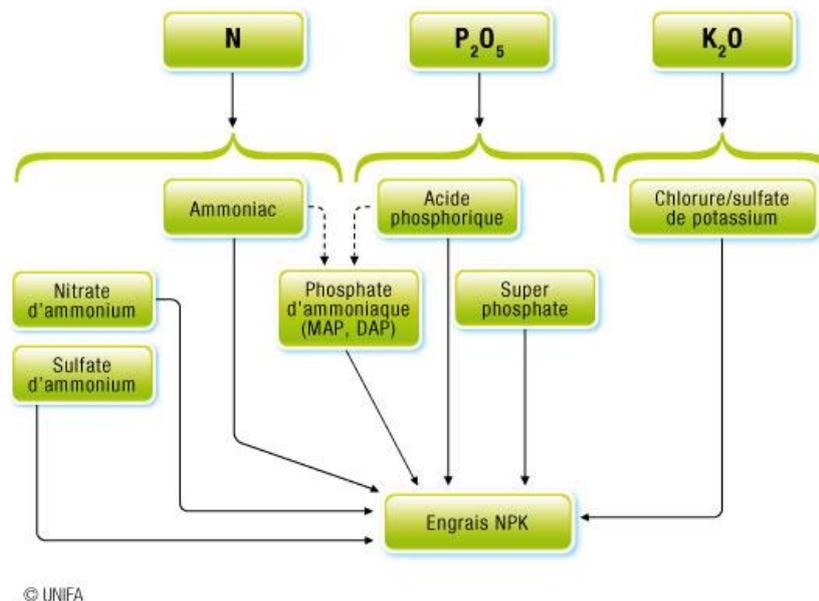


Figure II.7 : Principe de fabrication NPK [22]

II.9.2. Localisation de la production de l'azote

La consommation d'engrais a augmenté de 40% entre 1980 et 2006. Cette croissance a notamment été soutenue par une augmentation de 60% de l'azote. Actuellement, l'azote représente 60% de la consommation d'engrais dans le monde.

Aujourd'hui, l'azote gazeux ou diazote est généralement obtenu par liquéfaction de l'air, dont il est le principal constituant avec une concentration de 78,06 % en volume et de 75,5 % en masse. La production mondiale est d'environ 150 millions de tonnes par an.

L'élément chimique « azote » (N) est un des composants principaux du vivant et des écosystèmes ainsi que des agrosystèmes. Il entre dans la composition des protéines (pour environ 15 %). L'azote est présent dans de très nombreux produits chimiques, dont certains pesticides. De tous les éléments ou presque, l'azote est celui qui touche le plus les mécanismes régulateurs de la biosphère.

L'azote a été exploité et l'est encore en tant qu'engrais naturel dans l'urée animale (ou humaine) et le guano, notamment au Chili, au Pérou, en Inde, en Bolivie, en Espagne, en Italie et en Russie [24].

II.9.3. Localisation de la production de la potasse

Les sels de potassium se trouvent en gisements souterrains ou dans les lacs salés. Les sources commercialement rentables sont distribuées moins largement que dans le cas des phosphates. L'Amérique du Nord, principalement le Canada, et l'ex Union Soviétique possèdent 85 % des réserves économiques connues et une part semblable des réserves de base. Bien que la potasse, que le phosphate, soit une ressource non-renouvelable, les réserves

connues ainsi que les ressources sont beaucoup plus importantes que pour le phosphate. Néanmoins, dans les 50 prochaines années, quelques producteurs de potasse seront obligés d'exploiter des minerais de qualité inférieure, des couches plus profondes ou des régions plus éloignées [23].

II.9.4. Localisation de la production de phosphate

Au cours de vingt dernières années, il y a eu une tendance vers le traitement du phosphate naturel dans les pays ayant des ressources naturelles substantielles de ce minerai, surtout en Afrique du Nord et aux Etats Unis d'Amérique, mais aussi au Proche Orient et en Afrique du Sud et de l'Ouest.

L'intégration de l'exploitation minière et de la transformation du phosphate offre des avantages techniques et économiques considérables, mis à part l'économie évidente réalisée en transportant des engrais fortement concentrés, de forte valeurs, comparés à du phosphate naturel. Il y a eu de nombreuses fermetures d'usines en Europe de l'Ouest où la capacité et la production d'acide phosphorique ont baissé de 60 % depuis 1980, pour des raisons économiques et environnementales [23].

En 1968, 52 % de la production d'acide phosphorique étaient localisés en Amérique du Nord, 26 % en Europe de l'Ouest, 7 % en URSS et 6 % au Japon c'est-à-dire que ces pays représentaient 91 % de la production totale mondiale. En 1998, 83 % de la capacité étaient localisés dans les régions ayant les gisements de phosphate naturel.

Pendant les trente dernières années, l'augmentation de la consommation de phosphate a été en général réalisée par des engrais à base d'acide phosphorique.

Conclusion

Un engrais est composé de 3 éléments principaux : l'azote (symbole chimique : N), l'acide phosphorique (P) et le potassium (K). Il convient d'y ajouter les oligo-éléments, contenus en quantité bien plus faible, mais qui jouent néanmoins un rôle essentiel.

C'est la proportion de chacun de ces éléments dans un engrais qui déterminera ses propriétés, et son adéquation plus ou moins bonne avec les besoins de la plante à laquelle est destinée.

Le NPK (15 15 15) est doté d'un pouvoir acidifiant grâce aux éléments qui le composent (acide phosphorique, azote ammoniacal et sulfate de potasse). Tous ces éléments ont un pH très bas, ils concourent à acidifier fortement la rhizosphère, à libérer et à faciliter l'assimilation des éléments nutritifs. L'équilibre de la formule est bien adapté aux exigences de toutes les cultures maraîchères (pomme de terre, pastèque, tomate, poivron, melon...).

Références bibliographiques

- [6] Wikipédia sous licence CC-BY-SA 3.0
- [7] <https://www.techno-science.net/glossaire-definition/Engrais.html>
- [8] R. FALOUS, Bilan massique et thermique d'une unité de production d'engrais, Université Sidi Mohamed BEN ABDELLAH de Fès, **2013**.
- [9] J-C IGNAZI, A DAUJAT, J HEBERT, PH EVEILLARD, « ENGRAIS », Encyclopédie Universalise [en ligne].
- [10] <https://www.aujardin.info/fiches/engrais>
- [11] https://www.m-habitat.fr/entretien-de-jardin/traitements-d-un-jardin/les-engrais-chimiques-pour-jardin-les-dangers-3472_A
- [12] P.F CHABALIER, IRAT, Doses croissantes de calcium sur géranium en vases. Fiche d'essai IRAT n °62/72, **1972**.
- [13] <https://agronomie.info/fr/engrais-organiques/>
- [14] P, Santos, Les alternatives aux engrais de synthèse, Rédigé par le réseau Agriculture Régional de la Frapna, **2013**.
- [15] <http://www.omafra.gov.on.ca/IPM/french/soil-diagnostics/macro-and-secondary-nutrients.htm>
- [16] <https://fertilisation-edu.fr/nutrition-des-plantes/8-nutrition-des-plantes.html>
- [17] <https://www.futura-sciences.com/planete/questions-reponses/pollution-engrais-pollution-agricole-dangereuse-5958/>
- [18] Les engrais et leurs applications, Organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture, Association Internationale de l'industrie des Engrais, Institut mondiale du Phosphate, Rabat, **2003**.
- [19] <https://defeder.es/fr/blog-fr/avantages-de-lutilisation-dengrais-organiques/>.
- [20] Camille Dumat, Fertilisation raisonnée et Bio géochimie, Ecole Nationale Supérieure Agronomique de Toulouse.
- [21] Production-ressources, Engrais minéraux composés, [http:// fertilisation-edu.fr](http://fertilisation-edu.fr).
- [22] <https://fertilisation-edu.fr/production-ressources/engrais-phosphates.html>.
- [23] Stratégie en matière d'engrais, Organisation Des Nations Unies pour l'alimentation et L'agriculture, Association Internationale de l'Industrie des Engrais, Rome, **2000**.
- [24] <https://www.planetoscope.com/agriculture-alimentation/1488-production-mondiale-d-azote.html>

Chapitre III
Procédés de fabrication
des engrais NPK

III. Introduction

Pour notre travail de fin d'étude, nous avons réalisé un stage de 15 jours au sein de l'entreprise FERTIAL où nous étions dirigées selon notre thème à l'unité de production des engrais NPK ainsi au laboratoire intégré de contrôle de qualité.

Dans ce chapitre, nous allons expliquer en détail le procédé de fabrication des engrais NPK (3×15) et les paramètres opératoires dès l'arrivée des matières premières jusqu'à l'opération finale de stockage.

III.1. Procédé de fabrication des engrais NPK

La fabrication d'engrais NPK consiste à produire une bouille à partir d'acide phosphorique et d'ammoniac dans deux cuves d'attaque et à granuler le produit de recyclage et les matières premières, Ces derniers sont convenablement dosés. Le produit fini est enrobé avant expédition au stock.

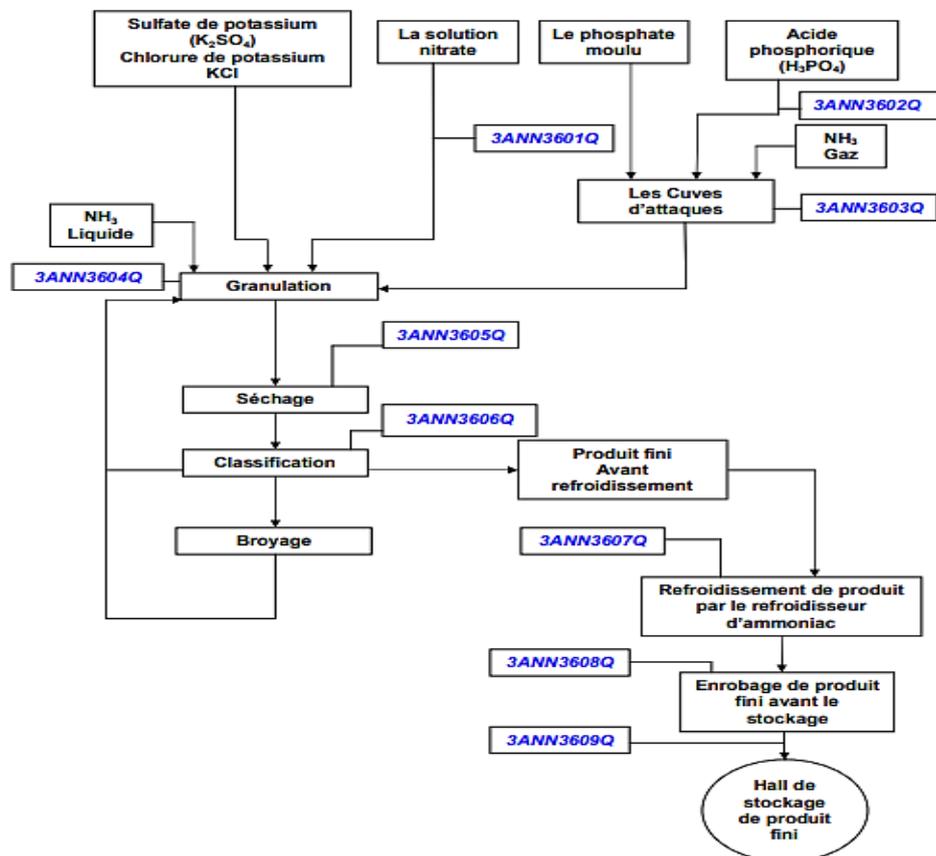


Figure III.1 : Processus général de fabrication des engrais NPK.

L'unité d'engrais est composée de plusieurs sections, à savoir :

1. Préparation de la matière première.
2. Préparation de la Bouillie.
3. Granulation
4. Séchage de produit.

5. Classification et broyage du produit.
6. Refroidissement de produit.
7. Assainissement et lavage des gaz.

Le contrôle et la vérification de la disponibilité du produit avant d'entamer la fabrication est indispensable.

III.1.1. Préparation de la matière première

Le choix des matières utilisés pour la fabrication d'un engrais donné dépend de la formule à établir, de qualité et prix des matières premières. Les matières premières contenant surtout les sources d'azote, de phosphore et de potassium, la quantité des matières premières nécessaires à la préparation de l'engrais NPK (15, 15,15).

Les matières premières utilisées pour la fabrication des NPK (3x15) sont :

- Le sulfate de potassium (K_2SO_4).
- L'acide phosphorique (H_3PO_4).
- Phosphate broyé.
- Solution nitrate (NH_4NO_3), ou produit équivalent.
- L'ammoniac (NH_3).
- L'enrobant (huile).
- Le ballast (sable).

➤ Azote (NH_3)

On possède comme source d'azote l'ammoniac ; le nitrate d'ammonium. Le nitrate d'ammonium (solution chaude) est injecté sous forme liquide directement au granulateur à partir d'unité nitrate et stocké dans le bac de stockage avec une capacité de 150 tonnes. On utilise l'ammoniac sous forme gaz au niveau de la cuve d'attaque et dans le granulateur sous forme liquide. Dans tous les cas l'ammoniac sera utilisé pour neutraliser L'acide phosphorique. L'ammoniac stocké dans une sphère au site a une température égale 6 °C.

➤ Phosphate (P_2O_5)

La source est l'acide phosphorique de concentration de 52% en P_2O_5 . On utilise l'acide phosphorique de concentration de 46% en P_2O_5 afin d'éviter le risque. On peut utiliser le phosphate brut comme source aussi dans ce cas le phosphate sera délivré à l'atelier d'engrais broyé a environ 80% passant au tamis de 80 μ .

➤ Potassium (K_2O)

On peut utiliser le K_2SO_4 de concentration de 50% en K_2O bien le KCl de concentration de 60% en K_2O comme source de potasse. Le sulfate de potassium (K_2SO_4) de 50% de K_2O minimum et d'humidité maximum 1% ; arrivera en vrac par bateaux au port et sera amené par camion.

III.1.2. Préparation de la bouillie

L'étape de la préparation de la bouillie comporte les opérations suivantes :

1. Le mélange au préalable à la réaction proprement dite, dans la cuve d'attaque primaire, on a un mélange d'acide phosphorique et de phosphate.
2. la réaction d'attaque de la solution acide phosphorique et de phosphate ainsi préparé.
3. Le maintien de la température dans la cuve primaire, doit être (90C°-110C°).

Le phosphate broyé sortant du silo à phosphate alimente directement le doso-mètre à phosphate et s'écoule par gravité dans le mélangeur, qui reçoit latéralement de l'acide phosphorique dont la concentration varie entre 38% et 45% de P₂O₅ préalablement dosé et qui est nécessaire à l'attaque du phosphate, la teneur du phosphore est exprimée sous forme de P₂O₅.

Le débit d'acide phosphorique est asservi au début du phosphate, l'injection d'acide phosphorique est faite de manière à assurer un bon contact avec le phosphate dans le mélangeur.

Dans la cuve d'attaque primaire agitée, se produit la réaction phosphate et acide phosphorique par injection d'ammoniac en plusieurs points de réacteur, après un séjour de 30 minutes, la bouillie s'écoule directement dans la deuxième cuve agitée elle aussi, pour compléter la réaction d'attaque du phosphate par l'acide phosphorique.

A la sortie de la deuxième cuve, la bouillie obtenue se déverse par gravité dans le tambour granulateur. Le circuit de la bouillie ou la goulotte à bouillie est conçu de manière à éviter tout bouchage résultat d'une prise en masse. Tous les matériaux en contact avec la bouillie sont résistants aux conditions du service. Concernant les gaz émanant de la réaction, ils sont aspirés et lavés.

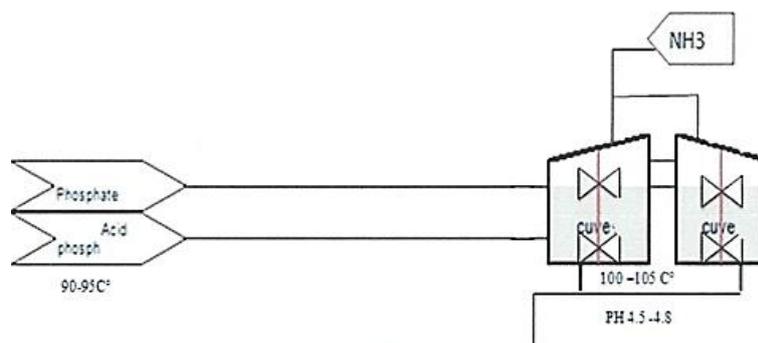
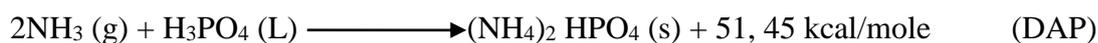


Figure III.2 : Schématisation simplifiée des cuves d'attaque

Tableau III.1 : Valeurs opératoires au niveau de la section des cuves d'attaques.

Paramètre suivi	Valeur opératoire
Le débit de H ₃ PO ₄	3.3 - 5.5 m ³ /h
débit de phosphate	3.3 - 5.5 Tonnes/h
Température d'acide phosphorique	90-95°C
Température de la bouille	100 -105 °C
Densité	1450 - 1460
PH de la bouillie phosphaté	4- 5

Dans la cuve d'attaque la bouillie est préparée par neutralisation de l'acide phosphorique concentré à 46% en P₂O₅ avec l'ammoniac gazeux ; suivant les réactions :



Ces deux réactions sont des réactions exothermiques, avec :

MAP : phosphate mono-ammoniaque (12.52.0)

DAP : phosphate di-ammoniaque (18.46.0)

III.1.3 Granulation et séchage

Le granulateur c'est un point de rencontre entre la phase liquide (bouillie venant des cuves) et la phase solide (matière premier et produit recycle), la granulation du produit est effectuée dans le granulateur rotatif, avec la bouillie en provenance du réacteur secondaire d'une part et le produit recyclé et la solution nitrate d'autre part (pour les NPK s et les NPK cl).

Pour la fabrication de sulfazote, la phase liquide utilisée pour la granulation au niveau du granulateur est la solution nitrate. Pour la fabrication du produit TSP (0.46.0), la phase liquide utilisée pour la granulation est seulement la bouillie prévenant du réacteur secondaire. Pour la granulation du SSP poudre, on utilise l'eau chaude comme une phase liquide de granulation.

Le tambour granulateur est conçu de manière à permettre la surveillance de l'évolution du milieu en granulation, le produit ainsi granulé tombe par gravité directement dans le tube sécheur. Les gaz émanant du granulateur sont aspirés puis mélangés avec les gaz de réaction des cuves d'attaque primaire et secondaire avant le lavage. Le granulateur est construit en matériaux résistant aux conditions de service.

Cette étape s'effectue à co-courant, à l'aide des gaz chauds (la chauffe) obtenus par combustion du gaz naturel dans le générateur, débitant par l'intermédiaire d'une boîte de liaison directement dans le tube sécheur, qui présente une conception cylindrique très classique.



Figure III.3 : Granulateur

III.1.4. Classification

Le produit granulé sortant du tube sécheur est repris directement par l'élévateur à godet qui alimente le scalper.

La première classification s'est effectuée, puis par l'intermédiaire d'une simple goulotte en Y, le produit passe par des tamis vibrants permettant de séparer la tranche granulométrique supérieure à la valeur choisie.

Le tamis vibrant est composé de deux éléments travaillant en série, tamis vibrants de grosses mailles et de fines mailles.



Figure III.4 : Tamis de classifications

Le refus ayant une taille supérieure à 20mm est envoyé au concasseur et par la suite, à la bande de recyclage. Alors que le passant alimente les cribles vibrants dont chacun dispose de deux toiles superposées respectivement de 5mm et de 2mm avec un débit de 100 tonne/h et surface de 9m².

Pour chaque étage. Ils existent trois catégories :

1. Le refus (>5mm) est destiné au broyage à l'aide des broyeurs à cylindres de capacité 4 tonne/h puis au recyclage ; avec un pourcentage <1%.

2. Le produit désiré ($2 < d < 5 \text{ mm}$) à l'aide d'un transporteur et un élévateur est envoyé vers le refroidisseur ; avec un pourcentage $> 94\%$.
3. Les fines ($< 2 \text{ mm}$) est transporté directement au recyclage avec un pourcentage $< 4\%$.

III .2.5 Refroidissement

Après criblage, la tranche granulométrique comprise en 2 et 5 mm constitue le produit granulé fini qui sera directement envoyé vers la section de refroidissement. Afin d'abaisser la température du produit fini à $32 \text{ }^\circ\text{C}$.

III.2.6. Enrobage

Le produit sortant du refroidisseur est admis par goulotte dans l'enrobeur. Le produit d'enrobage est transporté sur un plancher supérieur où il est stocké en trémie. Une reprise par vis doseuse à la base de la trémie l'admet dans l'enrobeur où le mélange engrais-enrobant est assuré par rotation du tube, et à une vitesse de 8 T/min .

L'enrobeur est équipé intérieurement d'une série d'hélices et de releveurs, le remplissage est déterminé par le seuil de sortie. La pente de 3% assure l'avancement du produit.

On admet généralement, suivant la formule d'engrais traité, que 1 à 2% d'enrobant peut être fixé sur l'engrais. L'enrobant a pour fonctions :

- Attirer et diffuser la phase de solution cristalline à la surface du grain pour éviter la concentration locale de sels à l'intérieur,
- Affiner le cristal par une petite charge superficielle pour assurer un lissage et une meilleure présentation,
- Absorber l'humidité résiduaire à la surface du grain pour éviter une absorption interne par celui-ci.



Figure III.5 : Stockage de l'huile d'enrobage

III.2.7. Recyclage

Les passants (filtrat) des cribles sont envoyés directement avec le recyclage, et les refus sont broyés pour être introduits dans le circuit de recyclage, le produit constituant le recyclage est retourné vers le tambour granulateur, par l'intermédiaire de la bande de recyclage et de l'élévateur à godet, en outre, une bascule intégrée est installée dans la bade de recyclage, permettant de contrôler le tonnage qui va vers le granulateur.



Figure III.6 : Produit NPK demi fini de recyclage

Le segment granulométrique d'un diamètre inférieur à 2 mm se sont des particules fines, retournées à la matière première pour la récupération de NPK fin.

La poudre des produits fine conformes NPKs arrive de la chambre du conditionneur d'engrais après le passage du produit fini à travers le tamis de finition ensuite la poudre fine acheminée vers le hall des matières premières de l'unité NPK, granulée avec de l'eau chaude et acheminée sous forme de produit fini avec une granulométrie suffisante.

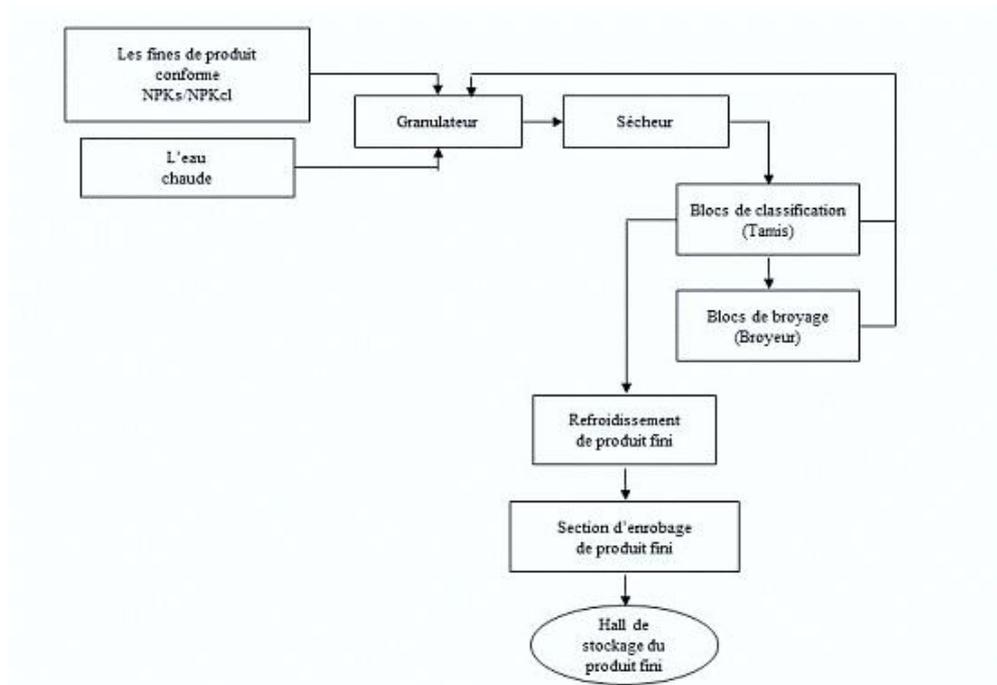


Figure III.6 : Circuit de recyclage.

III.1.8 Stockage

A la sortie de l'enrobeur, l'engrais granulé enrobé est repris par un transporteur d'un débit de 70 T/h. Ce transporteur alimente un élévateur à la jetée duquel il y'a un volet permettant l'envoi du produit fabriqué vers le hall de stockage d'engrais vrac.



Figure III.7 : Tapis de transport des grains

Stockage du engrais dans les hors normes des conditions donc, les engrais peuvent se dégrader. Pour garder leur bonne qualité, et surtout empêcher l'engrais d'absorber l'eau, ce qui réduit la fluidité de l'engrais et augmente l'anti -mottant.

III.1.9. Assainissement et lavage des gaz

La fabrication des engrais comporte des opérations dans lesquelles se dégagent des gaz, dont certains sont nocifs et contiennent des poussières d'engrais. Pour ne pas polluer l'atmosphère il a été décidé de prévoir un système de dépoussiérage et lavage des gaz. Les gaz qui sortent de la cuve d'attaque du granulateur et les gaz passent à la section de lavage des gaz se fait à l'eau de mer permettant d'éliminer le fluor amené par l'acide phosphorique, les gaz lavés sont rejetés vers l'atmosphère.



Figure III.9 : Produit fini dans hall de stockage.

Conclusion

Grâce au stage que nous avons effectué au sein de l'unité NPK de FERTIAL, nous avons pu comprendre le processus de fabrication des engrais NPK 3x15 que nous avons expliqué à travers ce chapitre, et assimiler chacune de ses étapes.

Chapitre IV

Analyses des paramètres physico - chimiques des engrais NPK 3x15

IV. Introduction

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'utilisation des méthodes adoptées par le laboratoire central de l'entreprise FERTIAL pour le contrôle de la qualité du produit fini. Il consiste d'analyser certains paramètres physico- chimiques (09 paramètres), à savoir le taux d'humidité, le taux d'enrobage, le taux d'azote, la granulométrie, la dureté, le taux du phosphate total et soluble dans l'eau, la valeur du pH et le taux de la potasse; d'autre part, pour vérifier sa capacité à répondre aux normes de fabrication.

IV.1. Spécifications finales du produit (NPK 3×15)

Les spécifications de l'engrais NPK (3x15) sont indiquées dans le tableau IV.1

Tableau IV .1: Spécification des paramètres physico-chimiques

Paramètres	Tolérance	Specs	Specs
		Mini	maxi
H ₂ O %			1,3
N .Tot %	1,10	13,9	16,1
N. Amm %	-		
P ₂ O ₅ .Tot %	1,10	13,9	16,1
P ₂ O ₅ Sol. Eau %			
K ₂ O %	1,10	13,9	16,1
PH solution à 10%	-	5,5	
Enrobant	-	0,1	0,2
Dureté (Kg)	-	4,5	

Il existe aussi les spécifications de granulométrie qui sont comme suit :

- ✓ Granulométrie > 5 mm (max) : 01,0 % ;
- ✓ Granulométrie 5 à 2 mm (min) : 94,0 % ;
- ✓ Granulométrie 2 à 1 mm (max) : 04,0 % ;
- ✓ Granulométrie < 1 mm (max) : 1 %.

IV.3. Analyses physico-chimiques du produit fini

Des échantillons représentatifs prélevés dans les unités de production d'engrais NPK ont fait l'objet d'une série d'analyses sur une période de 15 jours, et les résultats obtenus sont présentés dans le tableau IV.5 Ces analyses ont porté sur :

- Détermination du pH.
- Détermination de la granulométrie.
- Détermination de la dureté des grains.

- Détermination de la teneur H₂O% (l'humidité).
- Détermination du P₂O₅ totale.
- Détermination du P₂O₅ Soluble eau.
- Détermination de l'azote Total et ammoniacal.
- Détermination d'enrobage.

IV.3.1. Détermination du pH

Le pH est un paramètre qui définit si un milieu est acide ou basique. Le pH de l'eau pure à 25°C est égal à 7 et cette valeur a été choisie comme valeur de référence pour les milieux neutres. Les milieux acides sont caractérisés par la présence de l'ion oxonium H₃O⁺ dû à la liaison aux molécules d'eau proton 1.

Par conséquent, une solution aqueuse est considérée comme acide si elle contient plus d'ions H₃O⁺ que l'eau pure. Si oui, son pH est inférieur à 7. Les milieux basiques sont caractérisés par la présence d'ions hydroxyde HO⁻ qui se caractérisent par la libération de proton M. Formé par des molécules d'eau. Une solution aqueuse est basique et a un pH supérieur à 7 si elle contient plus d'ions H₂O que l'eau pure.

Mode opératoire

À l'aide d'une balance analytique, peser 10 g d'échantillon d'engrais NPK broyé dans un bécher de 250 ml, ajouter 100 ml d'eau distillée et agiter avec un agitateur pendant 10 minutes. Laisser décanter la fraction insoluble, plonger l'électrode de mesure du pH-mètre dans la solution à analyser et lire le pH après quelques minutes (lorsque la lecture est constante), la figure IV-1 représente un pH mètre. On prend comme un exemple de résultat de cette analyse (PH=5.4).



Figure IV.1 : pH-mètre.

IV.3.2. Détermination du taux d'humidité

Le taux d'humidité influence les propriétés physiques d'une substance, telles le poids, la masse volumique, la viscosité, l'indice de réfraction, la conductivité électrique et bien d'autres encore. Au fil des ans, diverses méthodes furent développées pour mesurer ces grandeurs physiques et les convertir en taux d'humidité.

Alors c'est toutes substances qui s'évaporent par chauffage en entraînant une perte de poids de l'échantillon. La perte de poids est mesurée par une balance et interprétée comme taux d'humidité. [25]

Le principe de cette méthode est qu'un échantillon est séché par circulation d'air chaud. Pour intensifier les conditions de séchage ou ménager les substances sensibles à la chaleur, le séchage s'effectue souvent sous vide. Le taux d'humidité est obtenu par pesée différentielle, Par contre L'excès d'humidité est très nuisible à la conduite du stockage en vrac et à la qualité de l'épandage, surtout dans le cas de produits poussiéreux.

Mode opératoire

Allumez l'analyseur infrarouge et réglez la température et le temps en fonction de l'échantillon à analyser. Une masse d'échantillon d'environ 10 g du produit fini NPK (3x15) est pesée dans une coupelle en aluminium (échantillon de poudre pré-broyé pour tenir parfaitement dans un tamis de 1 mm) et fermer le couvercle de l'analyseur, puis le niveau d'humidité s'affichera sur l'écran de l'appareil sous forme de pourcentage. Le taux d'humidité de l'échantillon que nous avons analysé est de 1,224 %.

Tableau IV .2 : Température et temps de réglage approprié à chaque type d'engrais

Echantillon	Température (°C)	Durée (Minute)
NPK	85	10
SSP	85	7
TSP	85	5.5
Nitrate d'ammonium	80	10
C.A.N	80	10
Sulfonitrate	80	10



Figure IV .2 : L'appareil d'analyse pour calculer le taux d'humidité.

IV.3.3. Détermination de la dureté

C'est une caractéristique à prendre en compte pour l'entreposage, la manutention et l'épandage des engrais. Avec des granulés durs et résistants, l'épandeur dégage moins de poussières au travail et la répartition est plus homogène. Il est aussi un test d'endurance pour mesurer la puissance d'écrasement des Gearins. Le dispositif FEDDELER (Fig. IV.3) permet de mesurer la dureté.

Mode opératoire

Placez le grain d'engrais sur une surface ferme pour le stabiliser, soutenez le duro-mètre à au moins 10 mm du bord du grain et déterminez la force à la rupture de chacun d'eux, il faut prendre cette force comme force de rupture

On répète ce processus 10 fois pour effectuer 10 mesures de dureté et lisez la valeur de dureté pour chaque mesure sur l'écran de l'appareil.



Figure IV.3 : Duro-mètre

Les résultats obtenus des échantillons collectés pendant 15 jours sont mentionnés dans le tableau (IV-3).

Tableau IV .3 : Résultats de mesures de la dureté

N ^o	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Dureté	3,25	3,25	3,25	3,10	3,71	3,49	3,92	3,21	3,12	3,14

La valeur caractérisant la dureté de l'échantillon est la moyenne des valeurs précédentes calculées selon la formule (IV.1)

$$\text{Dureté} = \frac{\sum \text{mesure d'essai}}{\text{nombre d'essai}} \quad (\text{IV.1})$$

$$\Rightarrow \text{Dureté} = 3,344$$

IV.3.4. Détermination du taux d'azote P₂O₅ total

L'hydrolyse de la solution correspondante de l'échantillon pour ramener les phosphates rognés à leur état d'ortho-phosphate, s'ils sont réellement présents ou suspectés. Les ions orthorhine forment des complexes jaunes de phosphorique vanado-molybdène avec les ions vanadium et molybdène, qui sont soumis à des dosages spectrophotométriques [26].

Mode opératoire

Si nécessaire, broyez l'échantillon d'engrais afin qu'il passe complètement à travers un tamis à mailles de 1 mm le plus rapidement possible et soit exempt d'humidité. L'échantillon une fois bien réparti à la spatule, conservé dans un bocal hermétique.

Peser 1 g de l'échantillon d'engrais fin. Challenge avec 5 ml de HNO₃ concentré et 5 ml de HCl concentré.



Figure IV.4 : Préparation du protocole opératoire pour la mesure du taux de P₂O₅ total.

Une fois refroidi, transférer dans une fiole de 1000 ml, diluer avec de l'eau distillée et agiter pour homogénéiser. Filtrer à travers du papier filtre et recueillir dans une bouteille en plastique propre et sèche (jeter les 3 premiers de solution filtrée jusqu'à l'obtention d'un filtrat clair).

Prélever 5 ml du filtrat dans une fiole de 100 ml, ajouter environ 50 ml d'eau distillée et 20 ml de réactif Vanado Molybdique. Jauger à 100 ml avec de l'eau distillée, bien homogénéiser et laisser reposer pendant 10 minutes. Faire la même chose pour l'essai à blanc, ensuite, faire passer au spectrophotomètre à la longueur d'onde $\lambda = 400 \text{ nm}$.



Figure IV.5 : L'échantillon après refroidissement



Figure IV.6 : Spectrophotomètre

La formule utilisée pour calculer le taux de P_2O_5 total est (Formule IV.2) :

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 \text{ total} = \frac{(L)(\Delta)(1000)}{1000(\text{Pe})(\text{Va})} \times 100 \quad (\text{IV.2})$$

Avec:

Va: Volume aliquote en millilitre;

L: lecture donnée par le spectrophotomètre qui désigne la densité optique D_0 ou l'absorbance A, ici $L=0,615$.

Pe : Prise d'essai en gramme ;

M : Rapport de la concentration et de la densité optique (pente de la droite dans la courbe d'étalonnage).

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 \text{ total} = \frac{0,615 * 2,56 * 1000}{1000 * 1 * 10} \times 100 = 15,74 \%$$

IV.3.5. Détermination du P_2O_5 Soluble eau

Mode opératoire

Placer 1g d'échantillon dans un flacon propre de 1000ml, ajouter environ 400ml d'eau distillée, calibrer à 1000ml avec de l'eau distillée, agiter pendant 20 minutes pour dissoudre. Secouez ensuite pour homogénéiser.

Filtrer à travers du papier filtre rapide n04 et recueillir dans une bouteille en plastique propre et sèche (jeter les premiers millilitres de solution filtrée jusqu'à l'obtention d'un filtrat clair).

Verser 5 ml du filtrat dans un ballon de 100 ml et ajouter environ 50 ml d'eau distillée et 20 ml de réactif molybdène vanado. Peut mesurer jusqu'à 100 ml avec de l'eau distille bien homogénéiser et laisser reposer 1 minutes.

Essai à blanc dans une fiole de 100 ml, on ajoute environ 50ml d'eau distille et 20ml réactif-molybdique. Jauger a 100ml avec de l'eau distillée.

Faire passer au spectrophotomètre à la longueur d'onde $\lambda = 400$ nm.

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ SE} = \frac{(L)(\Delta)(1000)}{1000(\text{Pe})(\text{Va})} \times 100$$

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ SE} = \frac{0,581 * 2,28 * 1000}{1000 * 1 * 10} \times 100 = 13,25\%$$

IV.3.6. Détermination de l'azote ammoniacal

La détermination de l'azote s'effectue en deux étape pour les échantillons liquide, la 1^{ère} étape est une filtration si nécessaire, si l'échantillon est colore la dilution de l'échantillon est alors effectuée avant le dosage.

Dans la 2^{ème} étape, l'ion ammonium réagit avec du salicylate, du nitroferriocyanure et de l'hypochlorite de sodium pour former en milieu alcalin un complexe salicylate ammoniacal dont l'absorbance a 660 nm est proportionnelle à la concentration d'azote ammoniacal [27]

Mode opératoire

Prélever une prise d'essai de 1 g produit fini de l'échantillon de poudre à analyser dans un tube à échantillon. Rincez les parois avec environ 30 ml d'eau distillée, récupérez le tube toujours sur le dessus afin que l'allongeur soit immergé dans la solution, et refermez le couvercle de l'appareil.

Dans un erlenmeyer de 500 ml, ajouter 50 ml d'acide borique à 4 % et 50 ml d'eau distillée, ajouter quelques gouttes d'indicateur Tashiro (cette solution sert à recueillir le distillat), et purger la solution avec de l'azote.



Figure IV.7 : Appareil de distillation de l'azote

Allumez l'appareil, appuyez sur le bouton de réactif pour remplir le tube d'échantillon automatique injecter avec du NaOH (environ 25 ml) et programmez la fin de la distillation à environ 7 minutes. Attendez quelques secondes, puis appuyez sur le bouton Démarrer.

Après distillation de 350 ml, la solution obtenue est titrée à l'acide sulfurique. Un test à blanc est effectué en utilisant uniquement de l'eau distillée et du réactif NaOH, et la fraction récupérée est titrée avec de l'acide sulfurique.

L'équation des calculs des taux d'azote ammoniacal est la suivante (IV.3)

$$\% N = \frac{(V1-V0)(NH_2SO_4)(EG)}{1000(Pe)} \times 100 \quad (IV.3)$$

Cependant, au niveau du laboratoire central de FERTIAL, ils utilisent la formule suivante (IV.3)

$$\% N = \frac{(L)(N)(EG)}{1000(Pe)} \times 100 \quad (IV.3)$$

Avec :

% N : Pourcentage d'azote ;

V1 : Volume chuté d'acide sulfurique ;

V0 : Volume chuté d'acide sulfurique pour l'essai à blanc ;

L : Lecture ;

N : Normalité de l'acide sulfurique (0,502 N) ;

EG : Equivalent gramme de l'azote (14) ;

Pe : Prise d'essai en grammes

Donc le résultat, suite au calcul par l'équation (IV.3), est le suivant :

$$\% N = \frac{18,5 \times 0,514 \times 14}{1000 \times 1} \times 100 \rightarrow \% N (\text{ammoniacal}) = 13,31 \%$$

IV.3.7. Détermination de l'azote total

L'azote contenu dans le NPK se trouve sous forme ammoniacale et nitrique.

$$N_{\text{total}} = N_{\text{NH}_3} + N_{\text{NO}_3}$$

Les mesures d'azote total comprenaient la réduction des ions nitrate en ions NH dans des milieux alcalins à l'aide d'alliages Dewarda et la distillation dans des milieux fortement basiques, où les ions ammonium ont été convertis en la forme volatile NH₃. Le NaOH caustique libère de l'ammoniac, qui est entraîné avec de la vapeur d'eau pendant la distillation. La formule de distillation est traduite sous la forme l'équation chimique ci-dessous.

Equation de distillation :



La vapeur d'ammoniac se condense au contact du fluide frigorigène et est recueillie dans une solution contenant l'indicateur Tashiro et une solution d'acide fort.

Mode opératoire

Même mode opératoire que l'azote ammoniacale et on ajoute juste trois grammes d'alliage Dewarda (50% Al, 45% Cu, 5% Zn) qui joue le rôle de réducteur en chimie analytique.

Le résultat, après le calcul en utilisant l'équation (IV.3), est le suivant :

$$\% \text{ N} = \frac{21 \times 0,514 \times 14}{1000 \times 1} \times 100 \rightarrow \% \text{ N (total)} = 15,11 \%$$

IV.3.8. Détermination de la granulométrie

La taille des particules (granulométrie) est déterminée par tamisage à sec d'un échantillon de NPK à travers plusieurs tamis de tailles de mailles différentes placés sur un tamis mécanique qui peut transmettre des mouvements verticaux et horizontaux à l'ensemble des tamis.

Mode opératoire

Sélectionnez un ensemble de tamis en acier inoxydable de 200 mm de diamètre avec des tailles de maille dans les plages suivantes : 5 mm, 4 mm, 3 mm, 2 mm et 1 mm, tamisant du plus grand au plus petit



Figure IV.8 : Une rangé de tamis sur une machine à tamiser

Prenez une portion représentative de 100 g de l'échantillon, placez-la sur le tamis supérieur, fixez le tamis à la tamiseuse et faites fonctionner pendant environ 10 minutes.

Peser la quantité d'échantillon sur chaque tamis en recueillant et en brossant soigneusement chaque tamis.

Les résultats sont exprimés en pourcentages après un calcul par l'équation (IV.4):

$$\% F_i = \frac{P_i}{P_t} \times 100 \quad (\text{IV.4})$$

Avec :

F_i : Pourcentage, en masse, du produit retenu dans le tamis i ;

P_i : Le poids de l'échantillon retenu sur chaque tamis i ;

P_t : Le poids total de l'échantillon.

Les résultats notés dans le tableau IV.4 pour l'analyse qui a été effectuée au laboratoire sont les suivants :

Tableau IV.4 : Résultats d'une analyse granulométrie dans le produit fini

Tamis (en mm) P_1	Pourcentage e n %
>5	2
4 - 5	22
3 - 4	46
2 - 3	29
1 - 2	1
<1	0

IV.3.9. Détermination du taux K₂O

La formule brute K₂O est utilisée pour exprimer la teneur en potassium des engrais NPK (azote-phosphore-potassium), Le pourcentage de K₂O figurant sur les étiquettes indique la quantité d'oxyde de potassium équivalente à la quantité de potassium présente dans l'engrais, sachant que, en masse, K₂O contient 83 % de potassium, contre 52,5 % pour KCl, 44,9 % pour K₂SO₄, et 56,6 % pour K₂CO₃ : un engrais contenant 30 % pondéral de KCl titrera ainsi 19 % de K₂O [28].

Mode opératoire

Dans un vase à saturation prendre 5 g d'échantillon à analyser avec environ 150 ml d'eau distillé et le faire bouillir sur plaque chauffante réglée à 75°C environ 10 à 15 minutes.

Après attaque, refroidir la solution et transvaser dans une fiole de 500 ml, homogénéiser puis jauger, filtrer cette solution sur papier filtre N°4.

Pipeter 5ml du filtrat clair dans une autre fiole 500ml contenant déjà 300ml eau distillée et 25 ml solution de phosphate, jauger et agiter après étalonnage on mesure du K₂O par un appareil photomètre à flamme. Les paramètres qui affectent le plus la solidification de l'engrais sont la teneur en humidité de l'engrais, le taux d'enrobage, les taux d'ammoniac et d'azote total, la taille des particules et la dureté.



Figure IV.9 : Spectrophotomètre à flamme.

Pour évaluer la qualité du produit final, nous avons effectué une analyse des résultats de l'analyse physico-chimique de ces paramètres importants.

$$\% K_2O = \left(\frac{(C > - C <) \times (\text{Léch} - L <)}{(C > - C <)} + C < \right) \times \frac{500 \times 500}{10^6 \times \text{Pe} \times 5 \text{ ml}} \times 100 \quad (\text{VI.5})$$

IV.3.9. Détermination le taux d'enrobage

C'est une application de couches de liquide ou poudre à la surface d'un produit afin de lui donner des propriétés d'aspect, de protection... spécifiques, il a été utilisé dans bon nombre de cultures vivrières pour améliorer leur développement dans les sols pauvres en phosphore. L'enrobage du mil avec de l'engrais phosphaté a montré son importance pour les sols sahélien pauvre en P [29].

Mode opératoire

Ajouter 20 g d'engrais enrobé et 60 ml de chloroforme dans un bécher et chauffer sur une plaque chauffante jusqu'à évaporation de la solution. Grâce au chloroforme, l'huile d'engrais est transférée des grains à la solution liquide.

Après évaporation, la solution est filtrée dans un creuset vide pré-refroidi et pesé et refroidie à nouveau avec l'huile contenue. Après quelques minutes, peser pour déterminer le poids de l'huile de revêtement.

Le pourcentage d'huile d'enrobage dans les engrais est déterminé par l'équation (IV.6).

$$\text{Taux d'enrobage} = \frac{\text{poids des creuset plein} - \text{poids des creuset vide}}{\text{poids d'échantillon analyse}} \times 100 \quad (\text{IV.6})$$

L'échantillon analysé au laboratoire nous a donné un taux d'enrobage de :

$$\text{Taux d'enrobage} = \frac{66,3260 - 66,2669}{20} \times 100 = 0,2955\%$$

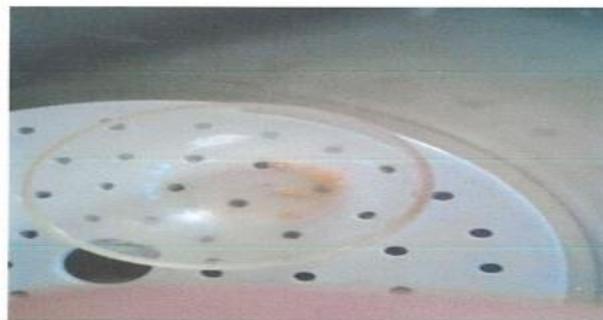


Figure IV.10: Image prise du creuset après étuvage

Tableau IV.5 : Suivi d'analyses physico-chimiques des paramètres du produit fini NPK (3×15) à la sortie de l'unité de production.

DATE	6-3-23	7-3-23	8-3-23	9-3-23	12-3-23	13-3-23	14-3-23	15-3-23	16-3-23	17-3-23	18-3-23	19-3-23	20-3-23
Production jour TM	650	700	600	500	750	750	750	400	300	900	900	800	900
H2O %	1,00	1,00	1,42	0,97	1,19	1,25	1,21	1,13	1,39	1,16	1,47	1,19	1,30
N .Tot %	16,14	17,23	15,25	13,88	14,02	13,49	14,75	14,25	14,63	15,11	15,38	15,11	13,79
N. Amm %	10,86	11,83	10,42	8,12	9,27	8,71	9,50	9,64	8,93	9,35	9,91	10,10	9,21
P2O5.Tot %	16,90	13,83	17,62	17,82	16,43	15,10	14,99	13,54	15,97	14,43	14,76	13,72	14,38
P2O5 Sol. Eau %	14,40	10,31	15,24	15,46	13,72	12,53	12,48	11,55	13,94	12,86	13,22	11,78	12,15
K 2O %	11,69	12,17	12,14	13,77	14,12	15,95	15,46	14,95	14,10	13,53	14,43	15,85	16,87
Enrobant %	0,10	0,13	0,19	0,24	0,13	0,17	0,33	0,10	0,10	0,13	0,15	0,12	0,21
pH solution à 10%	5,83	6,19	6,15	5,13	5,73	6,11	5,85	5,81	4,61	5,46	6,01	5,82	5,95
Dureté (Kg)	3,25	3,25	3,25	3,10	3,71	3,49	3,92	3,21	3,12	3,14	3,47	3,33	3,27

Conclusion

A la fin de ce chapitre on a conclu que les paramètres analytiques physico-chimiques d'engrais sont souvent conventionnels ; Seuls les laboratoires spécialisés sont susceptibles d'appliquer correctement les bonnes méthodes adaptées des paramètres importants pour évaluer la qualité du produit fini.

Références bibliographiques

- [25] E. TOLEDO, détermination du taux d'humidité, brochure d'application, **2002**.
- [26] Dégermant, Memento technique de l'eau laboratoire. Edition de cinquanteenaire.
Technique et documentation, Paris, France, **1989**.
- [27] <http://collections.banq.qc.ca/ark:/52327/bs35092>.
- [28] https://fr.wikipedia.org/wiki/Oxyde_de_potassium.
- [29] https://reca-niger.org/IMG/pdf/Enrobage_MD_engrais_mil_Inran_2014.pdf.

Chapitre V

Interprétation des résultats d'analyses

V.1. Introduction

Le contrôle de la qualité du produit final NPK (3×15) comprend une série d'analyses d'échantillons pour tout les paramètres sur une période de 15 jours.

Les résultats sont présentés dans le tableau IV-1. Recommandations proposées pour améliorer la qualité du produit fini d'engrais NPK (3×15).

V.2. Détermination de la dureté, l'humidité et le PH dans le produit fini NPK

Le tableau V.1 montre les trois premiers paramètres obtenus en analysant le pourcentage du pH avec des critères minimum et maximum spécifiés.

Tableau V.1 : Analyses de la dureté, l'humidité et le pH dans le produit fini NPK

La date	PH	La dureté	Le taux d'humidité
06.03.2023	5,83	3,25	1,00
07.03.2023	6,19	3,25	1,00
08.03.2023	6,15	3,25	1,42
09.03.2023	5,13	3,10	0,97
12.03.2023	5,73	3,71	1,19
13.03.2023	6,11	3,49	1,25
14.03.2023	5,85	3,92	1,21
15.03.2023	5,81	3,21	1,13
16.03.2023	4,61	3,12	1,39
17.03.2023	5,46	3,14	1,16
18.03.2023	6,01	3,47	1,47
19.03.2023	5,82	3,33	1,19
20.03.2023	5,95	3,27	1,30

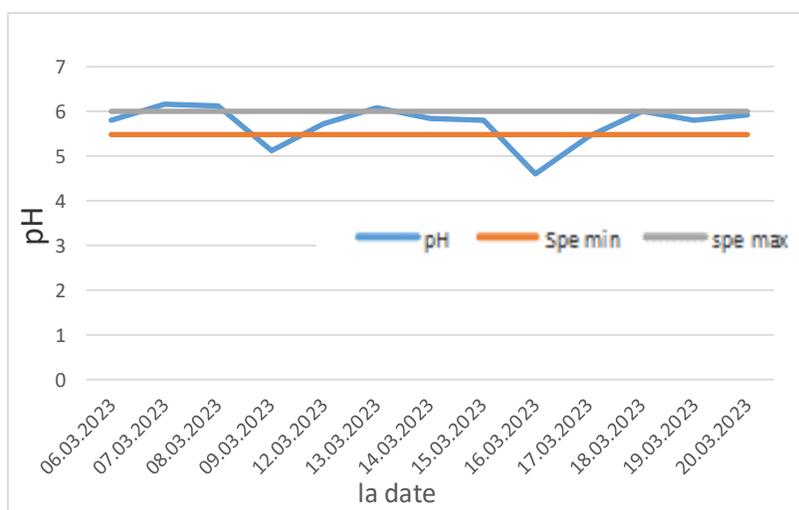


Figure V.1 : La valeur du pH du produit fini NPK en fonction de la date d'analyse

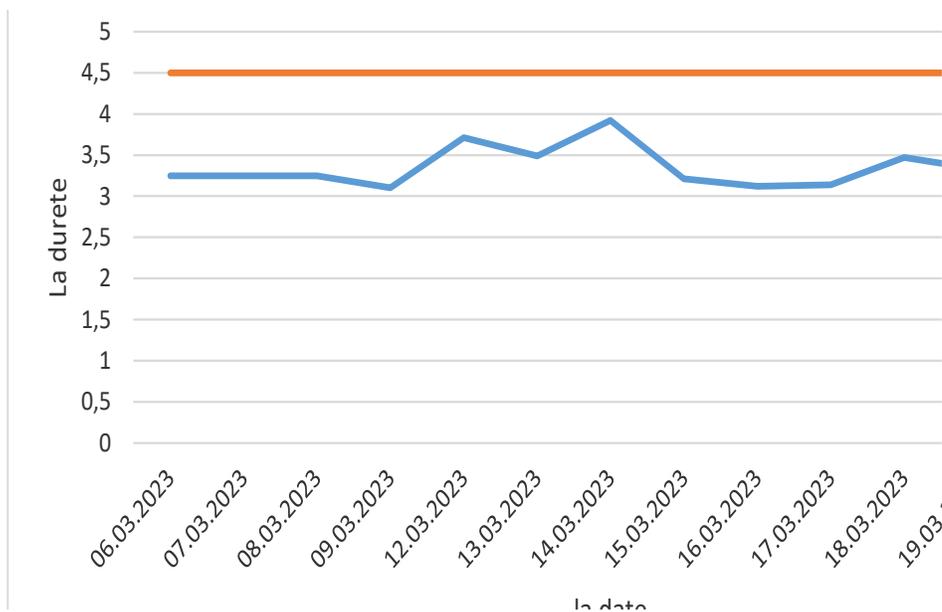


Figure V.2 : Evolution de la dureté du produit fini NPK en fonction de la date

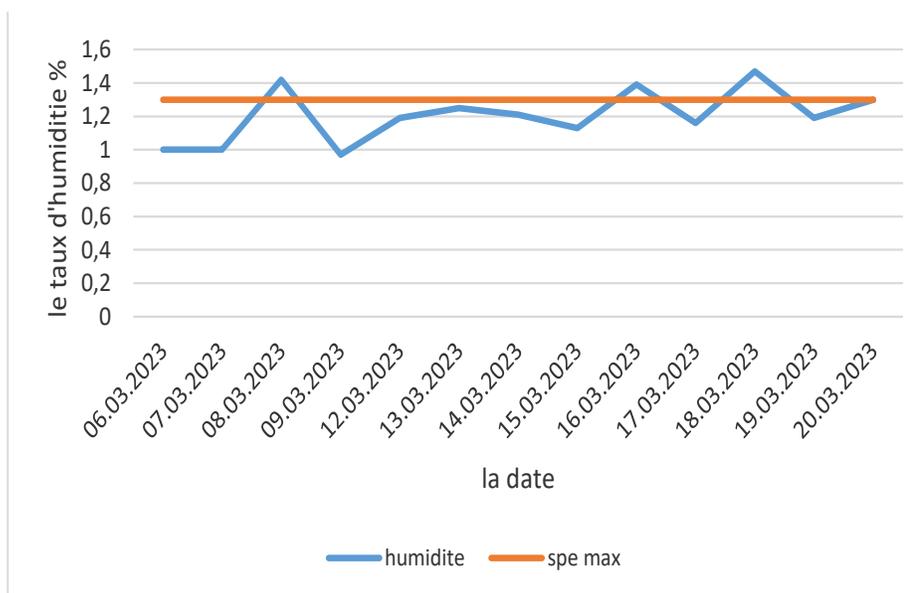


Figure V.3 : Evolution du taux d'humidité du produit fini NPK en fonction de la date d'analyse

Interprétation des résultats

Le tableau V.1 regroupe les résultats obtenus de l'étude du pH des engrais (3×15) pour le mois de Mars 2023, il est bien remarquable que les valeurs du pH sont bas mais ils restent dans les normes (inférieure à 7). Donc on constate que les valeurs sont acceptables.

D'autre part et dans l'étude du taux de l'humidité (tableau V.1 et la figure V.3), on observe que son pourcentage est inférieur aux normes durant la majorité des journées d'essai, sachant que son maximum est égal à 1.3. L'humidité reste instable de façon qu'elle est parfois hors normes (8-16-18mars) et parfois dans les normes (6-7-9-12-13-14-15-17-19-20). Ainsi, les anomalies observées reviennent à l'instabilité de la quantité d'ammoniaque injectées dans les cuves d'attaque et le granulateur pour la neutralisation de la bouillie. Parfois aussi, on remarque que l'humidité est élevée, pour cela il faut bien contrôler tous les paramètres pendant les étapes de la production et vérifier la concentration d'acide phosphorique ainsi que son débit. En ce qui concerne la dureté, elle est toujours dans les conditions normales.

V.3. Détermination de l'azote total et ammoniacal dans le produit fini NPK

Les valeurs d'analyse d'azote totale avec les spécifications du design de l'engrais NPK sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau V.2 : Analyse de l'azote total et ammoniacal dans le produit fini NPK

La date	L'azote totale	L'azote ammoniacal	Min	Max
06.03.2023	16,14	10,86	13,9	16,1
07.03.2023	17,23	11,83	13,9	16,1
08.03.2023	15,25	10,42	13,9	16,1
09.03.2023	13,88	8,12	13,9	16,1
12.03.2023	14,02	9,27	13,9	16,1
13.03.2023	13,49	8,71	13,9	16,1
14.03.2023	14,75	9,50	13,9	16,1
15.03.2023	14,25	9,64	13,9	16,1
16.03.2023	14,63	8,93	13,9	16,1
17.03.2023	15,11	9,35	13,9	16,1
18.03.2023	15,38	9,91	13,9	16,1
19.03.2023	15,11	10,10	13,9	16,1
20.03.2023	13,79	9,21	13,9	16,1

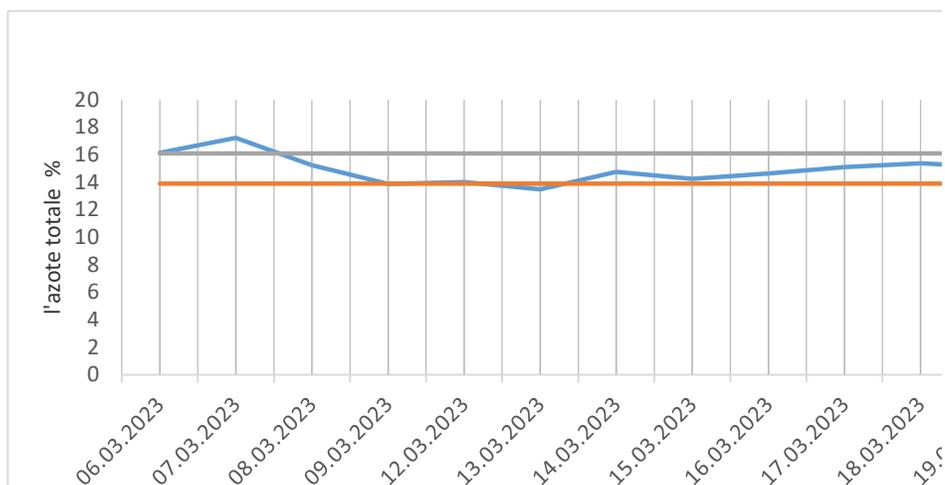


Figure V.4 : Variation du pourcentage d'azote total en fonction de la date d'analyse



Figure V.5 : Variation du pourcentage d'azote amoniacal% en fonction de la date d'analyse

✚ Interprétation du résultat

D'après les figure (V.4) et (V.5) et le tableau V.2 ci-dessus qui présentent le pourcentage d'existence d'azote, on constate que le taux d'azote total est presque stable et reste dans la norme entre (13,9 % et 16,1 %), à l'exception du jour (07 Mars), ces anomalies sont dues au problème du débit qui était élevé. D'une part, il y a une chute d'observation pour l'azote ammoniacal.

V.4. Détermination de P₂O₅ total et soluble d'eau dans le produit fini NPK

Les valeurs obtenues à partir des analyses du P₂O₅ total et du P₂O₅ soluble dans l'eau sont rassemblées dans le tableau V.3.

Tableau V.3 : la variation du pourcentage du P₂O₅ total et soluble d'eau dans le produit fini NPK

Journées	P ₂ O ₅ total	P ₂ O ₅ soluble d'eau
06.03.2023	16,90	14,40
07.03.2023	13,83	10,31
08.03.2023	17,62	15,24
09.03.2023	17,82	15,46
12.03.2023	16,43	13,72
13.03.2023	15,10	12,53
14.03.2023	14,99	12,48
15.03.2023	13,54	11,55
16.03.2023	15,97	13,94
17.03.2023	14,43	12,86
18.03.2023	14,76	13,22
19.03.2023	13,72	11,78
20.03.2023	14,38	12,15

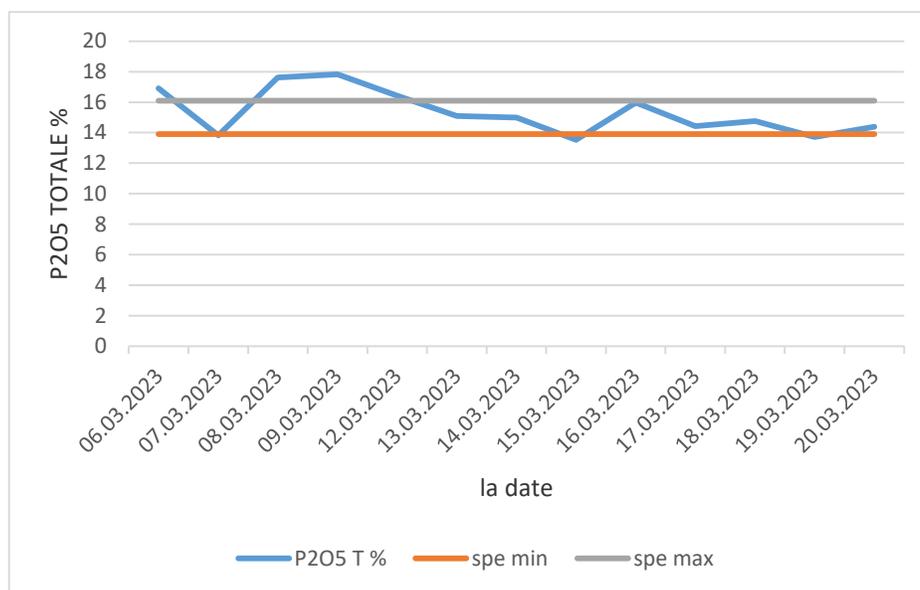


Figure V.6 : Variation du pourcentage de P₂O₅ pendant 15 jours d'analyse

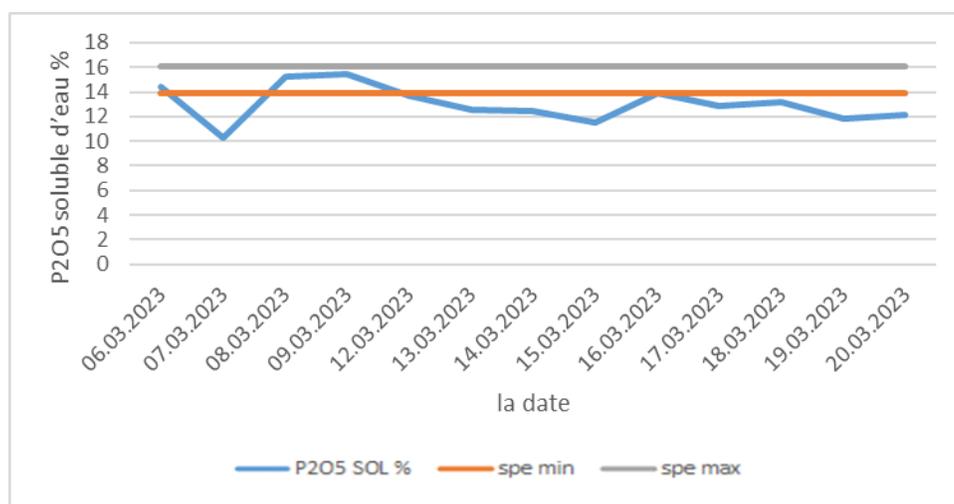


Figure V.7: Variation du pourcentage de P₂O₅ % soluble dans l'eau en fonction de la date d'analyse

✚ Interprétation du résultat

L'observation du tableau V.3 et la figure V.6 et V.7, nous montrent que le pourcentage de P₂O₅ total et P₂O₅ soluble dans l'eau sont dans les normes durant la majorité des journées.

Concernant le taux du P₂O₅ total est généralement dans la norme, à l'exception des jours (6-8-9-12) le taux était élevé, cette augmentation résulte d'un problème d'abaissement de débit de phosphate.

Par contre pour le taux de P₂O₅ soluble d'eau, on remarque que son pourcentage était inférieur aux valeurs requises (la valeur de requise = 13,9) durant la majorité des journées de production, ceci est dû à la source de P₂O₅ qui est la roche de phosphate dont l'attaque par les acides n'a pas été adéquate à cause des impuretés contenues dans la roche.

V.5. Détermination de K_2O et l'enrobage dans le produit fini NPK

Tableau V.4 : Variation du pourcentage du K_2O et l'enrobage par rapport aux normes spécifiques minimales et maximales (Tableau IV.1)

La date	K_2O	enrobage
06.03.2023	11,69	0,10
07.03.2023	12,17	0,13
08.03.2023	12,14	0,19
09.03.2023	13,77	0,24
12.03.2023	14,12	0,13
13.03.2023	15,95	0,17
14.03.2023	15,46	0,33
15.03.2023	14,95	0,10
16.03.2023	14,10	0,10
17.03.2023	13,53	0,13
18.03.2023	14,43	0,15
19.03.2023	15,85	0,12
20.03.2023	16,87	0,21

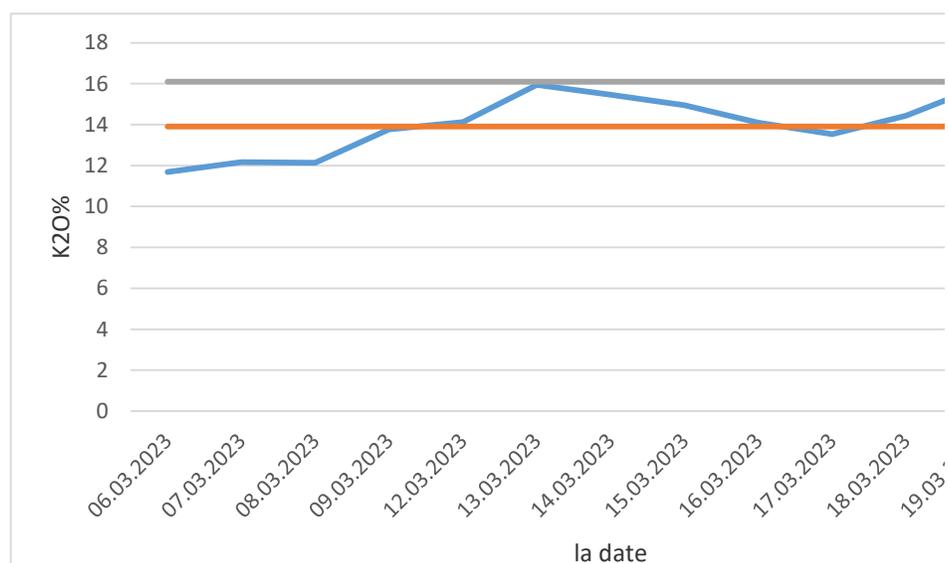


Figure V.8 : Variation du pourcentage de K_2O % en fonction de la date d'analyse

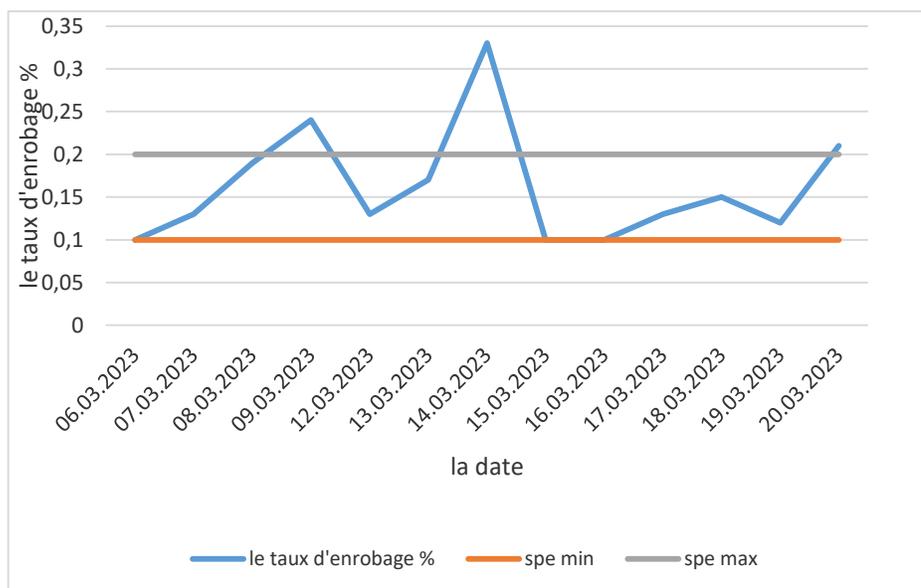


Figure V.9 : Variation du taux d'enrobage en fonction de la date d'analyse

✚ Interprétation du résultat

D'après la figure V.8 et le tableau V.4, on remarque que le taux du K_2O est instable mais reste un peu dans la norme à l'exception de quelques jours (6-7-8-9-13-17-20 Mars), ces anomalies sont dues au problème de débit qui est parfois très faible. Concernant le taux d'enrobage dans la figure V.9, on observe que la majorité des valeurs sont généralement parfaite, cependant on constate qu'il y a une légère augmentation dans le jour (9-14). Ceci est à cause de la quantité pulvérisée d'huile et l'ajout du produit d'azote. Pour des meilleurs résultats on doit assurer la fermeture de la vanne de la pompe.

V.6. Détermination de la granulométrie dans le produit fini NPK

La caractérisation de la taille des particules a donné approximativement la même taille d'engrais pour tous les jours de Mars. Le tableau V.5 et la figure V.5 montrent les résultats obtenus.

Tableau V.5 : Analyse granulométrique dans le produit fini NPK triple 15

Tamis (en mm)	Le pourcentage %	La moyenne	normes
>5	1	1	< 1
4-5	22	97	>94
3-4	47		
2-3	29		
1-2	1	1	4
<1	0	0	<1

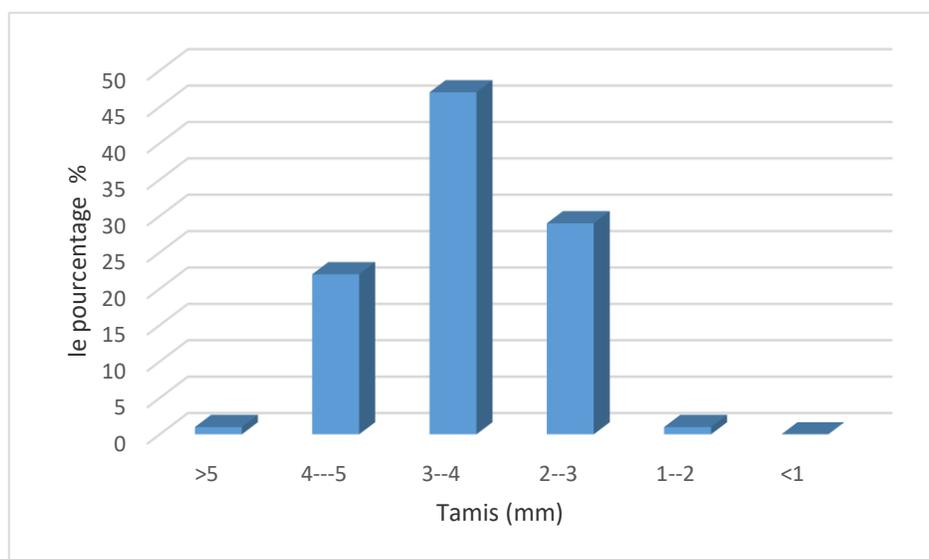


Figure V.10 : Tailles de grains du produit fini NPK en fonction de série des tamis.

✚ Interprétation du résultat

On observe que la granulation 3 -4 produite est la quantité majeure de produit fini avec un pourcentage plus que 47%, suivie par la granulation 2-3 avec un pourcentage plus que 29 %, et 22% pour la taille entre 4 et 5 du tamis.

Les grains supérieurs à 5 mm passent par le broyeur et retournent au broyeur puis le granulateur pour le recyclage.

Les grains inférieurs à 2mm sont dirigés vers le granulateur pour le recyclage.

Les grains qui ne passent pas par les fines mailles du crible inférieur, les grains appartenant à la classe granulométrique comprise entre 2 et 4 mm, sont le produit fini, ils sont dirigés directement vers le refroidissement. Par conséquent, on obtient un bon résultat de granulométrie.

V .7. Discussion et recommandations

D'après les résultats d'analyse obtenus pendant 15 jours de stage pratique à l'unité NPK, on propose les recommandations suivantes :

➤ **P₂O₅ totale et ammoniacal**

Le taux est généralement instable mais reste dans les normes, pour améliorer ce paramètre on recommande de vérifier la vanne de contrôle de l'acide phosphorique ainsi que l'augmentation du son débit et le débit du phosphate.

➤ **Azote Totale**

Le taux est généralement instable mais reste dans les normes, pour des meilleurs résultats on conseille d'augmenter le débit de la solution nitrate et le Débit d'ammoniac vers les cuves.

➤ **K₂O**

Le taux de K₂O est instable mais reste dans la norme à l'exception de quelques jours, pour corriger ce paramètre on propose de vérifier la vanne de contrôle du sulfate potassium et l'augmentation du son débit aussi l'analyse de la matière première avant l'achat.

➤ **Humidité**

Elle est Généralement dans la norme mais on recommande d'augmenter la température de la sortie du sécheur et de vérifier les températures de la batterie et la pression de NH₃ dans le ballon ainsi que le niveau NH₃ liquide.

➤ **pH**

Instable, pour régler ce paramètre on conseille de vérifier le PH de la bouille et surtout pendant l'injection du NH₃ aux cuves d'attaque et au granulateur pendant la neutralisation.

➤ **Granulométrie**

Presque toujours dans la norme, pour améliorer ce paramètre on recommande d'assurer en premier lieu que les buses et les tamis vibreurs sont bien placés ainsi que de nettoyer les toiles grosses et fines mailles.

➤ **Dureté**

Elle est en-deçà de la norme ce qui la rend friable, pour des meilleurs résultats on recommande de vérifier la quantité des sulfates de potassium qui est insuffisant.

➤ Enrobant (huile)

Les valeurs sont souvent dans les normes, pour des meilleurs résultats on doit assurer la fermeture de la vanne de pompe, et pour corriger ce paramètre on doit augmenter la quantité pulvérisée d'huile et assurer le bon contact entre les grains et l'agent antiagglomérant.

Conclusion

Certaines anomalies sont présentées dans le tableau IV-1. Les valeurs obtenues ici peuvent s'écarter de la norme par rapport aux spécifications de conception. L'azote, P_2O_5 totale, K_2O , dureté,.... etc.

Ces anomalies sont dues d'une part aux paramètres de fonctionnement et d'autre part à la quantité de la matière première injectée. Par conséquent, des actions correctives doivent être appliquées après chaque analyse pour contrôler les valeurs de fonctionnement et les matières premières. Le produit final sortant de l'unité assure une meilleure qualité de cet engrais.

Conclusion générale

La fertilisation du sol permet d'améliorer les rendements des cultures en quantité et en qualité. Notre stage s'insère dans cette optique, il s'agit de suivre le procédé de fabrication des engrais et en particulier le NPK (3x15) ainsi que les différentes analyses physico-chimiques qui garantissent la qualité du produit fini.

Notre stage au niveau de l'entreprise Fertial SPA Annaba, nous a permis d'explorer le monde du travail et d'appliquer les connaissances acquises au cours de nos études. Nous avons acquis une compréhension approfondie de toutes les phases de la production des engrais NPK. Nous avons aussi pris connaissance des techniques opératoires expérimentales à savoir la spectrophotométrie de flamme et la lumière UV, ainsi que les techniques traditionnelles telles que le titrage, la filtration, la distillation.

L'étude détaillée du processus de fabrication de l'engrais NPK a révélé de multiples anomalies qui empêchent d'obtenir un produit conforme répondant aux spécifications de conception et aux exigences du client.

La production NPK (3x15) commence par saturer la phase liquide dans deux réservoirs avec de l'acide phosphorique, saturer le phosphate avec de l'ammoniac, tout en obtenant une bouillie avec une fluidité maximale. Il consiste à ajouter une bouillie au produit recyclé, le granuler, nitrate d'ammonium NH_4NO_3 , sulfate de potassium K_2SO_4 et ballast, le produit final est enrobé avant d'être expédié à l'entrepôt.

Les anomalies révélées au cours du processus de fabrication ont été confirmées à travers les analyses physico-chimiques effectuées sur le produit fini lors du contrôle qualité. Ces analyses ont montré que les valeurs obtenues peuvent s'écarter de la norme par rapport aux spécifications de conception P_2O_5 , K_2O , PH, H_2O , enrobage.

Ces anomalies sont dues d'une part aux paramètres de fonctionnement et d'autre part à la quantité de matière première injectée. Pour cette raison, le contrôle des valeurs d'exploitation et des matières premières est effectué en appliquant des actions correctives. Ainsi, l'analyse du produit fini sortant de l'unité permet d'obtenir une meilleure qualité de cet engrais.

Pour cela, nous proposons les recommandations suivantes :

- Importer une matière première de qualité supérieure afin d'améliorer les performances du produit final.
- Utiliser les meilleures technologies disponibles afin d'éviter beaucoup de problèmes techniques (fuites ...etc.).
- Améliorer le contrôle quotidien des différents produits fabriqués en gardant la traçabilité complète de chaque lot de fabrication.