



Université 8Mai 1945 – Guelma  
Faculté de science et de la technologie  
Département de Génie des Procédés

**Mémoire de Projet de fin d'étude**  
2<sup>ème</sup> Année Master

---

*Intitulé :*

*Description du procédé de synthèse de l'engrais nitrate Triple15 (NPK)  
suivi de son contrôle de qualité à l'entreprise FERTIAL d'Annaba*

---

Filière : Génie des Procédés

Option : Matériaux et Génie des Procédés : génie chimique

Présenté par :

**Berredjem Mohamed Amine**

Sous la direction de :

**Dr. Rouaiguia Samia**

Septembre 2015



Université 8Mai 1945 – Guelma  
Faculté de science et de la technologie  
Département de Génie des Procédés

**Mémoire de Projet de fin d'étude**  
2<sup>ème</sup> Année Master

---

***Intitulé :***

***Description du procédé de synthèse de l'engrais nitrate Triple15 (NPK)  
suivi de son contrôle de qualité à l'entreprise FERTIAL d'Annaba***

---

Filière : Génie des Procédés

Option : Matériaux et Génie des Procédés : génie chimique

Présenté par :

**Berredjem Mohamed Amine**

Sous la direction de :

**Dr. Rouaiguia Samia**

Septembre 2015

# REMERCIEMENT

Je tiens à remercier tout particulièrement mon Encadreur le **Dr Rouaiguia Samia** dont les orientations, les recommandations perspicaces et les conseils Avisés ,m'ont été d'un précieux apport .je lui exprime ma profonde gratitude pour sa gentillesse et la grande patience dont elle a fait preuve tout au long de l'élaboration de ce mémoire.

Mes remerciements vont également à Monsieur **Ksouri Rabeh**.

De même je remercie vivement M<sup>ME</sup> **Lahiouel**, et M<sup>ME</sup> **Bahloule Abida**.

Enfin, je n'oublie pas de remercier toutes les personnes qui m'ont facilitées la tâche et toutes celles que j'ai connu au département de génie de Procédés.

**DEDICACE :**

*JE DEDIS CE MODESTE TRAVAIL A MES CHERS PARENTS :*

*MA MERE ET MON PERE*

*MES GRAND PERES MES GRAND MERES .*

*A MON CHER FRERE AYOUB.*

*MES SCEURS : AYA ;IMEN .*

*A TOUTS MES AMIES : AMERO ;TOUFIK ;*

*HAMZA ;OMR ;YASER ;BADIS.*

*PUISSE DIEU -LE TOUT PUISSANT- LES BENIR ET LES PRESERVER.*

*MOHAMED AMINE*

## Sommaire

Introduction général	1.2
Chapitre 01	
I-1. Historique	3
I.2. Partenariat	4
I.3. Situation géographique de l'usine	4
1-3. Situation géographique de l'usine	4
1-4. Différentes unités de l'usine de Fertial	4
1.5. Principales activités de Production	4
<b>Chpitre 02</b>	
II -1. Généralités sur la fertilisation	7
11-2. Intérêt des engrais	7
11-3. Différents types d'engrais minéraux	8
II-4. Eléments nutritifs nécessaires à la croissance de la plante	8
II-5. Fonction des éléments nutritifs N, P et K (éléments de base)	8
II-5.1. L'Azote	8
II-5.2. Le Phosphore	9
II-6. Types d'engrais commercialisés par Fértial	9
II-6-1 Les engrais phosphate simples	9
II.6.2. Les engrais composés	11
II-7. Synthèse des engrais phosphatés	12
II-8. Objectifs visés dans la synthèse des engrais phosphatés	13

II.9. Procédé de fabrication de l'engrais NPK triple	15	14
II.9.1. Préparation de la matière première		14
II.9.2. La préparation de la bouillie		15
II.9.3. La granulation		16
II.9.4. Le séchage		16
II.9.5. La classification et le broyage du produit		17
II.9.6. Le refroidissement, l'enrobage et le stockage du produit fini		17
<b>Chapitre 03</b>		
III.1. Introduction		18
III.2. Différentes analyses effectuées		18
III.2.1. Dosage de l'humidité dans l'engrais		18
III.2.2. Détermination du $P_2O_5$ T dans l'engrais (méthode calorimétrique)		18
III.2.3. Dosage du $P_2O_5$ assimilable		19
III.2.4. Dosage gravimétrique de potassium		21
III.2.5. Détermination de la dureté		22
III.2.6. Analyse de PH		22
<b>Chapitre 04 partie expérimentale</b>		
VI. Introduction		25
VI.2. Résultats d'analyse d'engrais à base d'acide phosphorique		25
VI.3. Résultats d'analyse d'engrais à base de roche de phosphate		28
VI.3. discussions des résultats		31
VI.4. Conclusion		35

## Listes des figures

Figure I.1. Vue générale du complexe Fertial	3
Figure I.2. Différentes unités du complexe Fertial	5
Figure II.1. Les différents types d'engrais commercialisés par Fertial	18
Figure II.2. Schéma illustrant la chaîne de production des engrais.	12
Figure VI.1. $P_2O_5$ assimilable dans l'engrais	27
Figure VI.2. Pourcentage De $P_2O_5$ Tot Dans L'engrais	27
Figure VI.3. Pourcentage De $P_2O_5$ assimilable Dans L'engrais	30
Figure VI.4. Pourcentage De $P_2O_5$ Tot Dans L'engrais	30
Figure VI.5. Pourcentage d'eau en engrais	31
Figure VI.6. La dureté D'engrais	32
Figure VI.7. PH d'engrais	32
Figure VI.8. Pourcentage de potassium en engrais	33
Figure VI.9. Nombre de grains de produit marchand en fonction de série de tamis	34
Figure VI.10. Nombre de grains de produit en fonction de série de tamis	34

## Listes des tableaux

Tableau I.1. Différents produits fabriqués par Fertial- Annaba	6
Tableau II.I. Différentes formulations d'engrais NPK en fonction des pourcentages en éléments N, P et K	14
Tableau II.2. Quantités de matières premières nécessaires à la fabrication d'une tonne d'engrais triple	15
Tableau VI.1. Analyse de qualité d'engrais journée 19 Avril 2015	25
Tableau VI.2. Analyse de qualité d'engrais journée 20 avril 2015	25
Tableau VI.3. Analyse de qualité d'engrais journée 21 avril 2015	26
Tableau VI.4. Analyse de qualité d'engrais journée 22 avril 2015	26
Tableau VI.5. Analyse de qualité d'engrais journée 23 avril 2015	26
Tableau VI.6. Analyse de qualité d'engrais journée 10 janvier 2015	28
Tableau VI.7. Analyse de qualité d'engrais journée 11 janvier 2015	28
Tableau VI.8. Analyse de qualité d'engrais journée 12 janvier 2015	28
Tableau VI.9. Analyse de qualité d'engrais journée 13 janvier 2015	29
Tableau VI.10. Analyse de qualité d'engrais journée 14 janvier 2015	29
VI.11. Tableau Des Moyennes Par Journées Des Paramètre Etudie	31
V.12. Tableau d' Analyse granulométrique journée 24 mars 2015	33
V.13. Tableau d' Analyse granulométrique journée	34

## Liste des abréviations

SSP : Le superphosphate simple :  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 + \text{CaSO}_4$

TSP : Le superphosphate triple  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$

MAP: Mono ammonium phosphate :  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

DAP: Di ammonium phosphate:  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

## Introduction générale

# Introduction Général

---

## Introduction générale :

Pour accomplir le processus de leur vie végétative, les plantes ont besoin d'eau, de près de vingt éléments nutritifs qu'elles trouvent sous forme minérale dans le sol, de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) apporté par l'air, et d'énergie solaire nécessaire à la synthèse chlorophyllienne.

Puis, avec l'avènement de l'industrie chimique, charbonnière et pétrolière au XIX<sup>e</sup> siècle, sont apparues des formes chimiques de plus en plus « pures » des éléments de base (NPK). Ces engrais chimiques, en dépit de leurs effets immédiats sur la croissance, n'ont pas toujours été facilement acceptés : par exemple, en 1858, dans le nord de la France, la presse locale rapportait qu'à l'approche des semailles « les agriculteurs sont harcelés par des marchands d'engrais qui prétendent que leurs concentrés chimiques sont plus efficaces que le fumier. La Société impériale d'agriculture, qui a effectué des essais, met en garde contre ces engrais concentrés, qui ne sauraient selon elle remplacer le fumier. [1]

Les engrais doivent apporter, en justes proportions :

- des éléments de base, aussi appelé macronutriments, azote (N), phosphore (P), potassium (K); on parle des engrais ternaires de type NPK si les trois sont associés. Sinon, on parle également des engrais binaires NP, NK, PK ou d'engrais simples s'ils sont constitués d'un seul de ces éléments N ou P ou K .
- des éléments secondaires, calcium (Ca), soufre (S), magnésium (Mg),
- des oligo-éléments, tels que le fer (Fe), le manganèse (Mn), le molybdène (Mo), le cuivre (Cu), le bore (B), le zinc (Zn), le chlore (Cl), le sodium (Na), le cobalt (Co), le vanadium (V) et le silicium (Si).

Ces éléments secondaires se trouvent habituellement en quantité suffisante dans le sol, et ne devraient être ajoutés qu'en cas de carence, la plupart devenant toxiques, à faible dose, au-delà d'un seuil variant selon les éléments, certaines synergies entre éléments, et selon le pH du sol. Les plantes ont besoin de quantités relativement importantes des éléments de base, les macro-éléments. L'azote, le phosphore et le potassium sont donc les éléments qu'il faut ajouter le plus souvent aux sols pauvres ou épuisés par l'agriculture intensive. Ces ressources sont consommées par les plantes et ne se reconstituent pas entièrement par la jachère.[2]

# Introduction Général

---

- L'**azote** contribue au développement végétatif de toutes les parties aériennes de la plante. Il est profitable à la plantation, au printemps, lors de la pousse de la végétation, et aux légumes feuillus, à condition de le distribuer sans excès car cela se ferait au détriment du développement des fleurs, des fruit (alimentation humaine) ou des bulbes, l'azote permet à la plante de fabriquer en quantité et en vitesse accrue les acides nucléiques, aminées ainsi que la synthèse des protéines et de la chlorophylle pour permettre à la plante une croissance plus rapide.<sup>[réf. nécessaire]</sup> On trouve de l'azote dans le sang séché, dans les tontes de gazon ou dans le purin d'orties. Sous forme chimique (ion  $\text{NO}_3^-$  dit « *nitrate* »), il est particulièrement soluble dans l'eau et utilisé en excès il est à l'origine de la pollution azotée.
- Le **phosphore** renforce la résistance des plantes et contribue au développement des racines. Le phosphore est extrait principalement des roches phosphatées, on le trouve également dans la poudre d'os ou dans les fientes. Utilisé en excès, il est un facteur d'eutrophisation de l'eau. Les engrais phosphatés chimiques contiennent une multitude d'éléments minéraux secondaires et d'oligo-éléments dont de petites quantités d'uranium (radionucléide) et de cadmium (métal lourd).
- Le **potassium** contribue à favoriser la floraison et le développement des fruits. Le potassium se trouve dans la cendre de bois, qui peut par ailleurs contenir des métaux lourds, ou des radionucléides dans certaines régions.

Le trio « NPK » constitue la base de la plupart des engrais vendus de nos jours. L'azote est le plus important d'entre eux, et le plus controversé à cause du phénomène de lixiviation, lié à la forte solubilité des nitrates dans l'eau. Au XXI<sup>e</sup> siècle, 1 % de l'énergie consommée par les humains sert à produire de l'ammoniac<sup>3</sup>, produit qui fournit la moitié de l'azote nécessaire à la fabrication des engrais utilisés en agriculture.[3]

Notre Travail s'inscrit dans cette optique et a pour contexte :

- faire une vision globale sur le procédé de fabrication d'engrais NPK triple 15
- la mise au point d'un inventaire d'analyse de qualité d'engrais
- comparaisons entre deux résultats d'analyse de deux procédés de fabrication de triple 15
- L'étude dans sa globalité, est accompagnée d'interprétations des chiffres commentaires et recommandations.

## Chapitre I :

### Présentation de l'entreprise Fertial

## Chapitre I- Présentation de l'entreprise Fertial

### I-1. Historique

C'est en 1967 que fut décidée par la SONATRACH la construction d'un complexe d'engrais phosphatés à Annaba. Les unités de production d'acide sulfurique, d'acide phosphorique et d'une gamme d'engrais sont entrées en production en 1972, ainsi que certaines utilités industrielles venant en appui. Ce complexe a connu une extension en 1982 avec l'installation d'unités d'acide nitrique, de nitrate d'ammonium et de tripolyphosphate de soude (STPP). En 1975, fut créé le complexe d'engrais azotés avec la participation de Creusot-Loire Industrie, Krebs (France) et Kellogg (US) entré en production en 1984. S'agissant de l'unité d'ammoniac Kellogg, elle est entrée en production en 1987. Avec la restructuration des entreprises publiques en 1984, toutes les unités de ce complexe sont entrées en portefeuille sous la nouvelle entité ASMIDAL qui deviendra société par action en 1996.

Les unités d'acide sulfurique et d'acide phosphorique ont été reconverties, démantelées et dédiées à la production d'engrais super simple phosphate (SSP). La mise en exploitation est intervenue au cours de l'année 2000. Trois ans plus tard, la fabrication d'urée ammonitrate (UAN) a démarré. Avec les réformes économiques engagées par le gouvernement algérien, un accord de partenariat a été conclu entre ASMIDAL et le groupe espagnol Villar Mir. Ainsi est né Fertial (Figure I-1). Dans cet accord, le Groupe Villar Mir détient 66% et ASMIDAL 34%. Depuis cette date, Fertial a engagé plus de 100 millions de dollars pour la réhabilitation et la modernisation de l'unité d'Annaba [4].

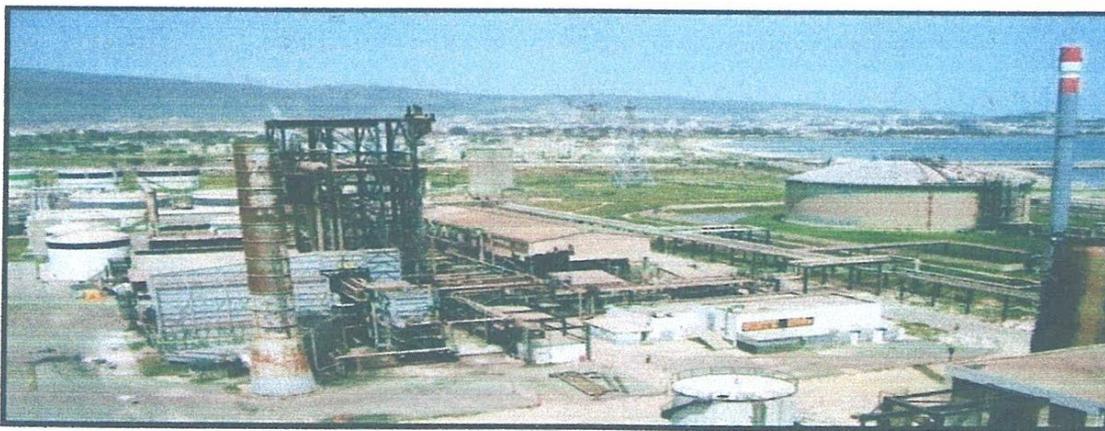


Figure I.1. Vue générale du complexe Fertial.

## **I.2. Partenariat**

Le groupe espagnol Villar Mir et le groupe algérien ASMIDAL sont les actionnaires de l'entreprise Fertial. Ils détiennent respectivement 66% et 34% du capital de l'entreprise. Fertial dispose de deux usines, dont une à Annaba et l'autre à Arzew, destinées à la fabrication d'ammoniac et d'engrais azotés et phosphatés.

## **I.3. Situation géographique de l'usine**

Le complexe d'engrais phosphatés et azotés de Annaba est situé au bord de la mer à 4 kilomètres de l'est de la ville. Il est limité 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. Fertial en tant que EPE/SPA a été créé le 01/03/2001. Le complexe s'étend sur une surface totale de 108 hectares, dont 40 hectares de surface bâtie [5].

## **1.4. Différentes unités de l'usine de Fertial**

Le complexe Fertial comporte deux zones de production, une zone nord destinée à la production d'engrais azotés et une zone sud pour la fabrication des engrais phosphatés (Figure I.2).

Dans la zone sud, on trouve l'unité UAN qui produit un engrais liquide appelé uréeammoniate, l'unité SSP productrice du super simple phosphate et l'unité NPK spécialisée dans la fabrication du triple superphosphate (TSP), du phosphate d'ammonium (MAP et DAP) et l'engrais triple (NPK).

## **1.5. Principales activités de Production**

Fertial-Annaba présente plusieurs activités dont les plus importantes sont :

- La production d'ammoniac ( $\text{NH}_3$ ) : 1000 T/J ;
- La production d'ammonium : 2 lignes de 500 T/J chacune ;
- La production d'acide nitrique : 2 lignes de 400 T/J chacune ;
- La production d'engrais phosphatés : 1000 T/J ;
- La production du super simple phosphate : 1200 T/J ;
- La production de l'urée et nitrate ammonium : 600 T/J.

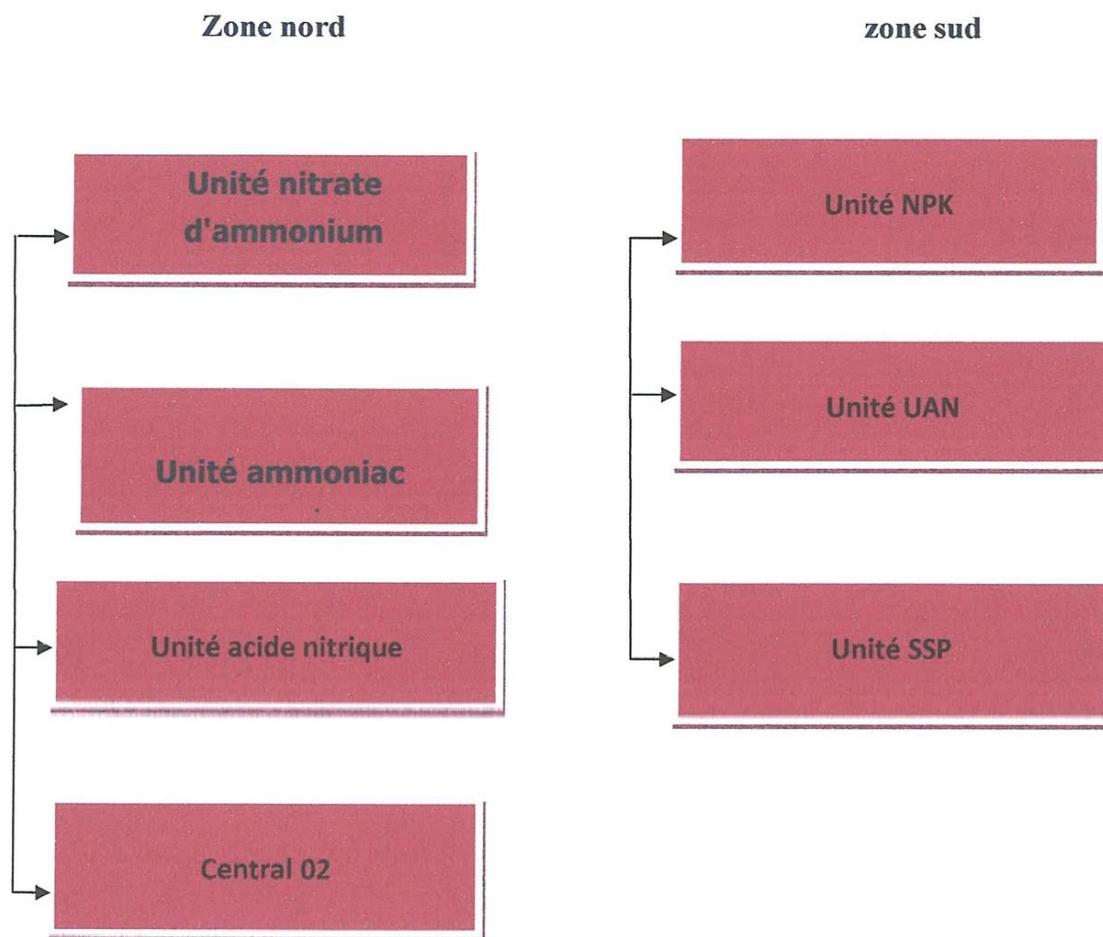


Figure 1.2. Différentes unités du complexe Fertial.

Une partie du nitrate d'ammonium et de l'ammoniac est autoconsommée par Fertial pour la production d'autres produits. Les différents produits fabriqués et les capacités produites annuellement sont regroupés dans le tableau I.1 [6].

Fertial exporte certains produits vers l'étranger :

- ❖ **NH<sub>3</sub>** : Espagne, France, Italie, Grèce, Belgique, Cuba, grand Bretagne, Turquie et Maroc.
- ❖ **UAN** : France, Espagne et USA.
- ❖ **Nitrate** : Tunisie et Maroc.
- ❖ **SSP** : Maroc, Grèce, France, Italie et Brésil.

**Tableau I.1.** Différents produits fabriqués par Fertial- Annaba

Unités	Capacité (tonne/an)	Année de démarrage
Super simple phosphate (SSP)	280000	2000
Ammoniac (NH <sub>3</sub> )	330000	1987
Acidenitrique (HNO <sub>3</sub> )	264000	1984
Acidenitrique (HNO <sub>3</sub> )	330000	1984
UAN NO <sub>3</sub>	240000	2003
Engrais phosphates (NPK)	600000	1972

Chapitre II:  
Procédé de fabrication des engrais NPK

## Chapitre II- Procédé de fabrication des engrais NPK

### II.1. Généralités sur la fertilisation

La fertilisation est l'action qui consiste à effectuer des apports d'engrais organiques ou minéraux, nécessaires au bon développement des végétaux. Elle peut donc être réalisée sous forme d'amendements humifères (organiques) ou minéraux (chimiques).

Les plantes ont besoin d'au moins 16 éléments nutritifs essentiels pour accomplir leur cycle de croissance. Parmi ces éléments on cite le carbone, l'oxygène, l'azote, le zinc, le cuivre, le bore, le molybdène, et le chlore.

Les plantes utilisent l'azote (N), le phosphore (P) et le potassium (K) en quantités importantes, et dont les réserves du sol en ces éléments doivent être périodiquement réapprovisionnées afin de maintenir une bonne productivité. Des engrais synthétiques ont été développés pour fournir ces trois éléments majeurs. D'autres engrais ont été mis au point pour fournir les 13 autres éléments nutritifs, en cas de besoin [7].

### II.2. Intérêt des engrais

Les éléments nécessaires aux plantes viennent de l'air et du sol. Si le sol est abondamment pourvu en éléments nutritifs, les plantes poussent bien et donnent des rendements élevés. Si le sol est appauvri en l'un des éléments seulement, la croissance des plantes est limitée et les rendements sont réduits. Si nous voulons obtenir de bons rendements, nous devons fournir aux cultures les éléments dont le sol en a besoin.

Les engrais favorisent le métabolisme des cellules végétales, la croissance de la plante et augmentent la concentration en substances utiles. Aussi, ces éléments augmentent la résistance des plantes vis-à-vis du gel, de la sécheresse et des maladies. Une agriculture intensive épuise considérablement le sol, autrement dit la teneur en éléments minéraux assimilables par la plante baisse rapidement, et en premier lieu les composés d'azote, de phosphore et de potassium solubles dans l'eau et dans les acides du sol. Un sol épuisé ne pourra donner que des faibles rendements et une qualité de cultures médiocre. Au fur et à mesure que la teneur du sol en éléments fertilisants baisse, il devient nécessaire de la compléter par un apport d'engrais.

### II.3. Différents types d'engrais minéraux

Les engrais minéraux sont des sels contenant les éléments indispensables à la nutrition des plantes qu'on introduit dans le sol en vue d'obtenir des récoltes abondantes et stables. On distingue les engrais simples, ne contenant qu'un seul élément nutritif, et les engrais composés, qui peuvent en contenir deux ou trois.

L'appellation des engrais minéraux est normalisée par la référence à leurs trois composants principaux : N-P-K. Les engrais simples peuvent être azotés, phosphatés ou potassiques. Les engrais composés peuvent être ternaires (N-P-K) ou binaires (lorsqu'ils contiennent deux éléments N-P ou P-K ou N-K). Ces lettres sont généralement suivies de chiffres, représentant la proportion respective de ces éléments.

### II.4. Eléments nutritifs nécessaires à la croissance de la plante

Pour se développer, la grande majorité des plantes exigent 16 éléments nutritifs provenant de l'air et du sol qui les entourent. Les éléments ci-après proviennent :

- a) De l'air : Le carbone (C) sous forme de  $\text{CO}_2$  (anhydride carbonique) ;
- b) De l'eau : L'hydrogène (H) et l'oxygène (O) à l'état d'eau ( $\text{H}_2\text{O}$ ) ;
- c) Du sol et des engrais minéraux et organiques :
  - des éléments de base (macroéléments) : L'azote (N), le phosphore (P), le potassium (K)
  - des éléments secondaires : Le calcium (Ca), le magnésium (Mg), le soufre ((S)
  - des oligoéléments : Le fer (Fe), le manganèse (Mn), le zinc (Zn), le cuivre (Cu), le bore (B), le molybdène (Mo), et le chlore (Cl).

Les éléments secondaires et les oligoéléments se trouvent habituellement en quantité suffisante dans le sol, et ne devraient être ajoutés qu'en cas de constatation de carence.

### II.5. Fonction des éléments nutritifs N, P et K (éléments de base)

#### II.5.1. L'Azote

L'azote est un élément majeur pour la fertilisation des végétaux ; il est prélevé dans le sol sous forme soit nitrique ( $\text{NO}_3^-$ ) soit ammoniacal ( $\text{NH}_4^+$ ). Il a plusieurs rôles dans le développement de la

plante. Il est le moteur de la croissance végétale et contribue au développement végétatif de toutes les parties aériennes de la plante, feuilles, tiges et formation des graines d'où sa contribution à l'amélioration du rendement.

### II.5.2. Le Phosphore

Le phosphore a pour rôle de renforcer la résistance des plantes et contribue à la croissance et au développement des racines, de la fructification et de la mise à graine.

### II.5.3. Le Potassium

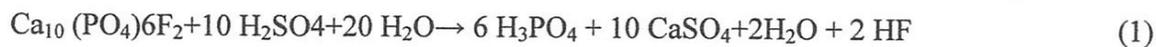
Le potassium est un élément qui contribue à favoriser la floraison et le développement des fruits. Il a également une action de renforcement de la résistance aux maladies et au froid, la limitation de l'évapotranspiration, la rigidité de la tige et la constitution de la réserve nutritive (hulbes).

## II.6. Types d'engrais commercialisés par Fertial (Figure II.1)

### II.6.1. Les engrais phosphate simples

#### ➤ Les engrais phosphatés, SSP et TSP

Les engrais phosphatés proviennent de la transformation des roches phosphatées extraites de la terre par dissolution sulfurique. La réaction générale de fabrication des engrais phosphatés est la suivante :



#### ➤ Le superphosphate simple (SSP) : $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 + \text{CaSO}_4$

Le superphosphate simple (SSP) résulte de la réaction de la roche phosphatée avec l'acide sulfurique, il titre entre 16 et 22% en  $\text{P}_2\text{O}_5$  et 9 à 12% en S. Il constitue une bonne source de phosphore avec une solubilité dans l'eau variant entre 85% et 90%.

#### ➤ Le superphosphate triple (TSP): $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$

Le superphosphate triple (TSP) résulte de la réaction de la roche phosphatée avec l'acide phosphorique. Il présente une teneur élevée en phosphore avec 45%  $\text{P}_2\text{O}_5$ . C'est une très bonne source de phosphore avec une solubilité dans l'eau variant entre 85% et 95%.

Il se présente sous une forme granulée. Il est utilisé pour la constitution de mélanges d'engrais composés. Puisque c'est l'acide phosphorique qui est utilisé au lieu de l'acide sulfurique, la teneur en soufre est inférieure à 2%.

### . Les phosphates d'ammonium

Ils constituent une large gamme d'engrais phosphatés et ils sont produits par la réaction de l'acide phosphorique avec l'ammoniac. Certains phosphates d'ammonium contiennent d'autres produits tels que l'acide sulfurique ou l'urée. Selon la quantité d'ammoniac utilisée pour la neutralisation de  $H_3PO_4$ , on peut produire soit du MAP ou du DAP :

### . Mono ammonium phosphate (MAP) : $NH_4H_2PO_4$

Il est le produit de la réaction d'une molécule d'ammoniac avec une molécule d'acide phosphorique. Plusieurs formulations existent avec 10% à 12% N et 50% à 55%  $P_2O_5$  et la formule principale au Maroc est le 11-55-0. Quand l'acide sulfurique est inclus dans le processus de fabrication, on obtient de l'ammonium sulfo-phosphate (ASP) : 19-38-0-S : le phosphore est sous forme de MAP et le soufre sous forme de sulfate d'ammoniaque. Le MAP et l'ASP sont d'excellentes sources de phosphore avec des teneurs élevées. Ils sont faciles à manipuler et à stocker. L'ASP fournit le soufre nécessaire à certaines cultures.

### . Di ammonium phosphate (DAP) : $(NH_4)_2HPO_4$

Il est le produit de la réaction de 2 molécules d'ammoniac avec 1 molécule d'acide phosphorique et il est de formule 18-46-0. L'engrais MAP est une excellente source de phosphore, il a une teneur élevée et il est facile à manipuler et à stocker. Malgré que la réaction initiale du DAP dans le sol soit alcaline, à long terme il possède un effet acidifiant sur le sol. A dose élevée et placée en contact avec les semences, il peut causer des problèmes de germination des graines et de toxicité des plantules causées par l'ammoniac ( $NH_3$ ) libéré. Ceci peut constituer un problème surtout dans les sols basiques. Pour des applications autres qu'au contact des semences, l'efficacité du DAP, du MAP et de l'ASP sont incomparables.

## II.6.2. Les engrais composés

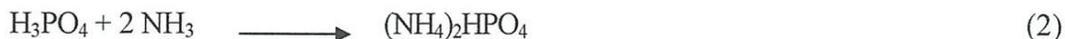
- l'azoté phosphaté potassique sulfaté N.P.K.s (04.20.25) est un engrais complexe ternaire. Il contient 4% de N, 20% de P et 25 % de K. Engrais de fond, il est destiné à toutes les cultures pérennes dont la viticulture et l'arboriculture. Il contient également un élément secondaire : Du soufre (12%) et des oligoéléments: Bore (29 ppm), fer (2036 ppm), manganèse (34 ppm), zinc (173 ppm), cuivre (02ppm).
- l'azoté phosphaté potassique sulfaté N.P.K.s (10.10.10) est un engrais ternaire qui contient 10% de N, 10% de P et 10 % de K. Il est polyvalent et utilisé pour le maraichage, viticulture et arboriculture comme engrais de fond pour les différentes plantations. Il s'adapte à tous les types de sols. Il contient également des oligoéléments : bore (30 ppm), fer (1723 ppm).
- L'azoté phosphaté potassique chloré N.P.K.c (15.15.15) est un engrais ternaire qui contient 15% de N, 15% de P et 15% de K. Polyvalent, il est utilisé pour toutes les cultures maraichères et industrielles (exception faite aux cultures sensibles au chlore) comme engrais de fond sur des sols non salins disposant d'une capacité de ressuyage.
- l'azoté phosphaté potassique sulfaté N.P.K.S (15.15.15) est un engrais ternaire qui contient 15% de N, 15% de P et 15% de K. Polyvalent, il est utilisé pour les cultures maraichères, viticulture et arboriculture comme engrais de fond et pour les différentes plantations. Il s'adapte à tous les types de sols. Il contient également du soufre (8 %) et des oligoéléments : bore (45ppm), fer (1723 ppm), manganèse (30 ppm), zinc (156 ppm), cuivre (02 ppm) [8].



Figure II.1 . Les différents types d'engrais commercialisés par Fertial

### II.7.Synthèse des engrais phosphatés

Le phosphate reste la matière première du phosphore, les 88% de production de ce dernier sont transformés en engrais. Ces engrais se présentent sous forme solide ou liquide et suivant leur solubilité dans le sol on distinguera donc les engrais phosphatés



Dans ce processus réactionnel, il y a une saturation de l'acide phosphorique par l'ammoniac. L'expérience industrielle a montré que lors de séchage, le phosphate diammonique est instable et perd une partie de l'ammoniac fixé pour donner du phosphate mono-ammoniaque selon la réaction :



Les pertes d'ammoniac sont en fonction du rapport d'ammoniac, de la qualité d'eau à éliminer et de la température de séchage. Les résultats montrent que pour un rapport de 1,60 les pertes sont négligeables ; on évitera les pertes de gaz par attaque de  $\text{NH}_3$  par l'acide sulfurique :



- **NPK** : Pour synthétiser cet engrais complexe, on fabrique préalablement le phosphate mono-ammoniaque par ajout du nitrate d'ammonium pour équilibrer l'azote et le  $\text{P}_2\text{O}_5$  ; la

potasse sera présente par ajout du KCL ou du  $K_2SO_4$ . Cet engrais hygroscopique, doit être enrobé. En plus de l'enrobant, on ajoute du ballast qui permet d'ajuster le titre.

- **NP** : La fabrication du nitrophosphate est basée sur le même protocole de fabrication de NPK ; les seules différences résident dans le fait qu'on évite d'introduire de la potasse. L'acide phosphorique utilisé renferme 50% de  $P_2O_5$  ; le nitrate introduit est sous forme liquide.
- **PK** : Le principe de la réaction est le même que pour NPK sauf que dans ce cas l'introduction de l'azote est exclue [9].

## II.8. Objectifs visés dans la synthèse des engrais phosphatés

Pour la fabrication des engrais phosphatés et d'autres composés de phosphore, on utilise comme matière première, les phosphates naturels (les apatites et les phosphorites). Dans ces minerais le phosphore se trouve à l'état insoluble, sous forme de fluor apatite  $Ca_5F(PO_4)_2$ . Pour que les engrais de phosphorite puissent être assimilables sur toutes terres de différentes natures, il est nécessaire de transformer les sels phosphoriques insolubles des phosphates naturels en sels solubles dans l'eau ou facilement assimilables.

Rappelons que la solubilité des sels phosphatés augmente avec leur acidité, c'est ainsi que le phosphate tricalcique  $Ca_3(PO_4)_2$  n'est soluble que dans les acides minéraux, le phosphate bi calcique  $CaHPO_4$  l'est dans les solutions acides du Sol, tandis que le phosphate le plus acide,  $Ca(H_2PO_4)_2$  est soluble dans l'eau. Il est évident que dans la fabrication des engrais phosphatés, on cherchera à obtenir le plus possible du phosphate mono-calcique  $Ca(H_2PO_4)_2$

La transformation des sels naturels insolubles en sels solubles se fait les traitant en des acides, on, des alcalis ou par chauffage (sublimation thermique du phosphore). En préparant les engrais phosphatés, on cherchera non seulement à obtenir des sels solubles, mais également une teneur de phosphore la plus élevée possible. Plusieurs formulations d'engrais NPK avec différents pourcentages d'éléments N, P et K et donc différentes appellations. Le tableau II.1 résume ces différentes formulations

Tableau II-I. Différentes formulations d'engrais NPK en fonction des pourcentages en éléments N, P et K

Appellation Des engrais	N <sub>2</sub> (% azote)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%phosphore)	K <sub>2</sub> O (% potassium)
(15-15-15)	15	15	15
(10-10-10)	10	10	10
(12-18-18)	12	18	18
(04-20-25)	04	20	25
46% N	46	00	00
26% N	26	00	00
18% P	00	18	00
46% P	00	46	00
18% N	18	00	00

Parmi les engrais ci-dessus, le plus demandé est le triple 15 c'est-à-dire (15-15-15). L'élaboration de cet engrais passe par différentes étapes expliquées ci-dessous.

## II.9. Procédé de fabrication de l'engrais NPK triple 15 (Figure II-2)

### II.9.1. Préparation de la matière première

Cette étape consiste à doser les matières qui vont servir à produire le triple 15 dont les éléments de base qui sont l'azote, le phosphore et le potassium.

- **Le phosphore**

Le phosphore broyé après avoir passé au tamis de 160 micron est stocké dans des silos à phosphore de capacité de 1200 tonnes alimentant directement les cuves d'attaques. Voir annexe (Figure A-1.1).

- **La potasse (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et KCl)**

Le produit est analysé en K<sub>2</sub>O ; après analyse au laboratoire le K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> est utilisé pour la fabrication des NPK et KCl est utilisé pour la fabrication du NPKCl.

- **L'acide phosphorique (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>)**

Le H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> est généralement de concentration massique en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 52%. Pour son utilisation dans la fabrication des NPK il faut descendre sa concentration à 42% par addition d'une quantité d'eau ; la densité de l'acide dilué est alors de 1,45.

- **La solution de nitrate**

Le contrôle de la concentration et du pH de la solution est important. La concentration de la solution de nitrate utilisée est de 92% et sa densité est de 1,4.

- **L'ammoniac**

Le contrôle de la concentration et du pH de la solution est important. La concentration de la solution de nitrate utilisée est de 92% et sa densité est de 1,4.

L'ammoniac est utilisé sous forme gazeuse au niveau des cuves d'attaque, et au niveau du bac de la solution chaude F001 (neutralisation de la solution chaude si le pH est inférieur à 5,5 ; le pH de la bouillie doit être maintenu entre 4,5 et 4,8 au niveau du granulateur.

### Exemple

Les quantités de matières premières nécessaires pour fabriquer une tonne d'engrais triple 15 sont précisées dans le tableau II-2.

**Tableau II.2.** Quantités de matières premières nécessaires à la fabrication d'une tonne d'engrais triple 15

K <sub>2</sub> O : 150 kg	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> : 300 kg	Phosphate : 185 kg
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> : 150 kg	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : 118 L	Ballast : 86 kg
N <sub>2</sub> : 150 kg	NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub> : 262 L	NH <sub>3</sub> : 49 kg

### II.9.2. La préparation de la bouillie

La préparation de la bouillie se fait par réaction d'attaque de la solution d'acide phosphorique et de phosphate dans la cuve d'attaque. La réaction doit être maintenue entre 90 et 110°C.

Le phosphate broyé sortant de silo à phosphate alimente directement la cuve d'attaque. Le dosimètre à phosphate s'écoule par gravité dans le mélange et reçoit latéralement de l'acide phosphorique dans une concentration variant entre 30 et 45% de  $P_2O_5$  préalablement dosé.

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

Dans la cuve d'attaque primaire, se poursuit la réaction entre le phosphate et l'acide phosphorique par injection d'ammoniac en plusieurs points du réacteur et ce pendant 30 minutes. La bouillie s'écoule directement dans la deuxième cuve (continuellement) agitée. A la sortie de la deuxième cuve, la bouillie obtenue 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 résultant de la prise en masse. Les gaz émanant de la réaction, sont aspirés et éliminés (Figure A-1.2).

### II.9.3. La granulation

A la sortie de la deuxième cuve, la bouillie obtenue est déversée par débordement dans le tambour granulateur.

La granulation du produit est effectuée dans ce dernier à partir du mélange de la bouillie provenant du réacteur secondaire, le produit recyclé et la solution de nitrate.

Durant cette phase, ces trois entrées de matière sont transformées en un produit granulé suite au mouvement rotatif du tambour ; le produit descend directement par gravité dans le tube sécheur (Figure A-1.3 /A-1.4).

### II.9.4. Le séchage

Le produit granulé descend tangentiellement dans le sécheur en rencontrant de l'air chaud provenant de la chambre de combustion à une température avoisinant les 300 °C. Ce tambour rotatif est équipé d'un ensemble de spirales à la chaleur. Le but de cette opération est d'obtenir à la sortie du sécheur un produit ayant une température de 80 °C (Figure A-1.5).

### II.9.5. La classification et le broyage du produit

Le produit granulé sortant de tube sécheur est repris directement par l'élévateur à godet qui alimente le scalper où s'effectue la première classification (Figure A-1.6). Par l'intermédiaire d'une simple goulotte en Y, le produit passe ensuite 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 la grosse maille et des fines mailles).

Après criblage, la tranche granulométrique comprise entre 2 et 4 mm, constitue le produit granulé fini qui sera directement envoyé vers la section de refroidissement ; une boîte de volet placée sur le circuit du produit granulé marchand permet d'en recycler une partie. Les passants (Filtrat) des cribles sont envoyés directement avec le recyclage et les refus sont broyés.

### II-9.6. Le refroidissement, l'enrobage et le stockage du produit fini

Le produit marchand est refroidit afin de le rendre favorable aux opérations subséquentes (Figure A-1.7) ; ce dernier subit un tamisage de finition. La tranche calibrée est enrobée puis stockée dans les halls pour l'ensachage afin d'y procéder à sa commercialisation (Figure. A-1.8).

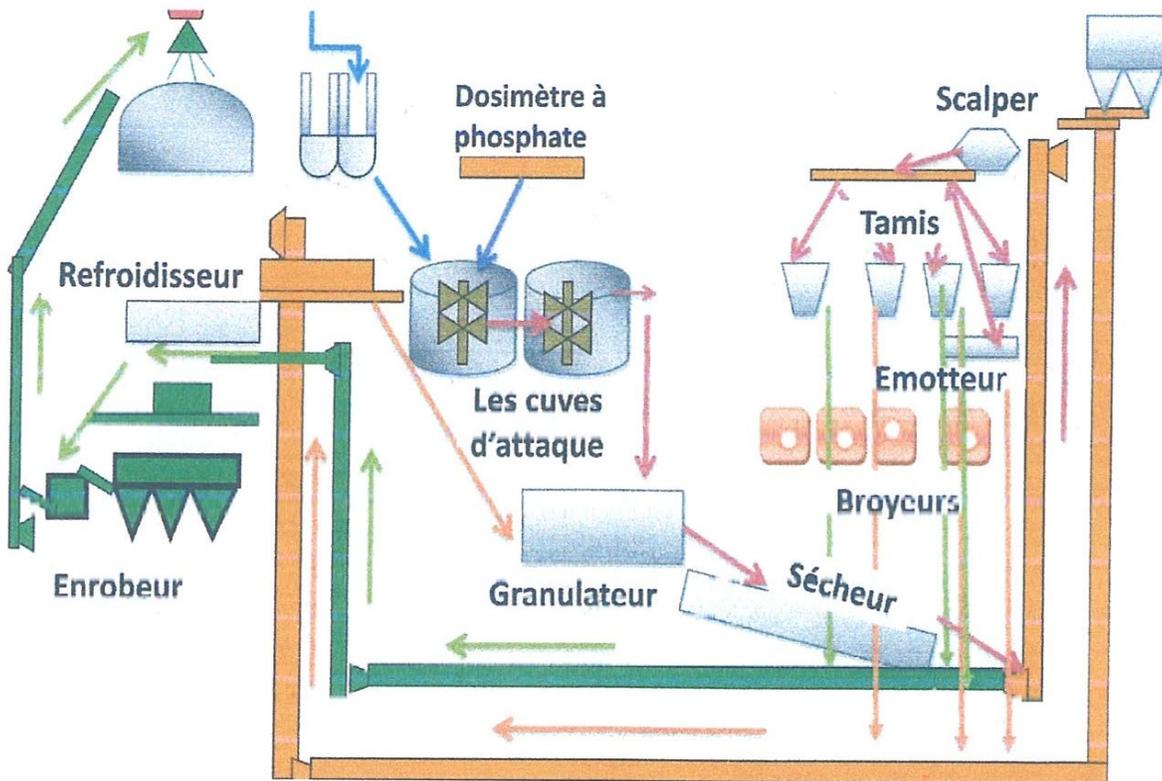
Il existe deux types d'enrobant :

- L'enrobant solide (talc)
- L'enrobant liquide (ATH 714 et ATH 635)

Il faut maintenir le débit d'enrobant à :

- 1 Kg /Tonne pour NPKs et NPKc1

Figure II.2. Schéma illustrant la chaîne de production des engrais



# Chapitre III :

## Mode opératoire

<http://www.kooora.com/Chapitre III : Mode opératoire>

### III.1. Introduction

Le contrôle de qualité du produit fini de N, P, K consiste au contrôle d'un certain nombre de paramètres physico-chimiques. Le produit final sera alors soumis aux différentes analyses pour vérifier sa capacité à répondre aux normes de fabrication.

## III.2. Différentes analyses effectuées

### III.2.1. Dosage de l'humidité dans l'engrais

#### a- Mode opératoire

- ✓ Peser le flacon à tare  $m_1$  (séché et refroidi) et introduire environ 10 g d'échantillon.  $m_2$
- ✓ Introduire dans l'étuve à 105°C pendant 4 heures.
- ✓ Retirer ensuite et laisser refroidir dans un dessiccateur.

#### b- Calcul

$$\text{H}_2\text{O} (\%) = \frac{(m_1 - m_2)}{P_e} \times 100 \quad (1)$$

Ou:

$m_1 - m_2$  : La perte de poids en gr.

$P_e$  : La prise d'échantillon en gr

### III.2.2. Détermination du $\text{P}_2\text{O}_5$ T dans l'engrais (méthode colorimétrique)

#### A - Principe

Hydrolyse de la solution appropriée de l'échantillon, en cas de présence réelle ou présumée de phosphates condensés, pour les ramener à l'état d'ortho-phosphates. Les ions ortho-phosphoriques forment, avec les ions vanadiques et molybdiques, un complexe phospho-vanado-molybdique jaune qui fait l'objet du dosage spectrophotométrique. [10.11]

#### B - Préparation de l'échantillon réduit

Broyer éventuellement l'échantillon afin qu'il passe entièrement au tamis 1 mm d'ouverture de maille. Ce broyage et ce tamisage doivent être effectués le plus rapidement possible et à

l'abri de l'humidité. Mélanger soigneusement l'échantillon avec une spatule pour le rendre homogène. Le conserver en flacon bien bouché.

### C - Mode opératoire

Peser 1 g du d'engrais (Finesse < 1 mm). Faire l'attaque par 5 ml HNO<sub>3</sub> concentré + 5 ml HCl concentré. Après refroidissement transvaser dans une fiole de 1000 ml et jauger avec de l'eau distillée. Puis agiter pour homogénéiser. Filtrer sur papier filtre rapide en recueillant dans un flacon en plastique propre et sec (Jeter les 1ers millilitres de la solution filtrée jusqu'à obtention d'un filtrat clair).

- Prélever 10 ml du filtrat dans une fiole de 100 ml ajouter environ 50 ml d'eau distillée et 20 ml réactif vanado molybdique (R.V.M des eaux). Jauger à 100 ml avec de l'eau distillée. Bien homogénéiser et laisser reposer 10 minutes.
- Faire la même chose pour le zéro.
- Dans une fiole de 100 ml, ajouté et environ 50 ml d'eau distillée et 20 ml réactif vanado molybdique (R.V.M des eaux). Jauger à 100 ml avec de l'eau distillée. Bien homogénéiser et laisser reposer 10 minutes.
- après faire passer au spectrophotomètre à la longueur d'onde  $\lambda = 400$  nm.

### Calcul

$$P_2O_5 T = \frac{L \times \Delta \times 1000}{1000 \times 1g \times 10ml} \times 100 \quad (2)$$

### III.2.3. Dosage du P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> assimilable

#### a- Préparation de l'échantillon réduit

Broyer éventuellement l'échantillon afin qu'il passe entièrement au tamis 1 mm d'ouverture de maille. Ce broyage et ce tamisage doivent être effectués le plus rapidement possible et éviter l'exposition de l'échantillon à l'humidité. Mélanger soigneusement l'échantillon avec une spatule pour le rendre homogène et le conserver en flacon bien bouché.

#### b- Procédure

Introduire la prise d'essai (2 g) dans un erlenmeyer de 500 ml contenant 100 ml de solution neutre de citrate d'ammonium chauffé au préalable à 65 °C. Boucher l'erlenmeyer et

agiter vigoureusement. Mettre l'erenmeyer bouché dans un bain d'eau à 65 °C en maintenant l'agitation pendant une heure exactement, de temps à autre retirer le bouchon pour faire baisser la pression.

Arrêter l'agitation de l'échantillon et laisser les insolubles se déposer pendant 1 à 2 minutes. Préparer un entonnoir muni d'un papier filtre N° 5 (Ou un Buchner muni d'un papier filtre N° 5) et immédiatement filtrer le contenu par aspiration sous vide aussi rapidement que possible. Laver les insolubles 5 à 6 fois avec un jet d'eau laisser à chaque fois le temps à l'eau pour s'écouler avant de mettre une autre portion.

Transférer le résidu lavé et le papier filtre mouillé dans un vase à saturation, ajouter 35 ml HNO<sub>3</sub> concentré et 5 ml HCl concentré, faire réduire par ébullition jusqu'à ce que le liquide restant soit d'environ 5 ml. Refroidir, transvaser dans une fiole de 200 ml et compléter au volume avec de l'eau distillée homogénéiser et filtrer.

Prendre une aliquote de 10 ml dans une fiole de 100 ml et ajouter environ 50 ml d'eau distillée et 20 ml de réactif vanado molybdique (R.V.M des eaux). Jauger à 100 ml avec de l'eau distillée. Homogénéiser et laisser reposer 10 minutes. Faire la même chose pour le zéro (En parallèle faire le zéro).

Dans une fiole de 100 ml ajouter environ 50 ml d'eau distillée et 20 ml de réactif vanado molybdique (R.V.M des eaux). Jauger à 100 ml avec de l'eau distillée. Homogénéiser et laisser reposer 10 minutes. Faire passer à la spectrophotométrie à longueur d'onde  $\lambda = 400$  nm.

### c- Réactif

Solution neutre de citrate d'ammonium avec un PH = 7 et une densité de 1.09 g/ml à 20°C

- ✓ Dissoudre 370 g d'acide citrique cristallin dans 1.5 litre et neutraliser avec de l'ammoniaque (NH<sub>4</sub>OH) à 28% puis ajouter un peu d'eau pour dissoudre l'acide citrique. Refroidir et vérifier le PH à l'aide d'un Ph-Mètre. Ajuster le PH 7 avec la solution acide citrique.
- ✓ Réactif vanadomolybdique (RVM)
  - a) Dissoudre 40 g de molybdate d'ammonium (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.24H<sub>2</sub>O dans 400 ml d'eau distillée.
  - b) Dissoudre 1 g de méta vanadate d'ammonium NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> dans une solution contenant 300 ml d'eau et 200 ml acide nitrique concentré.
  - c) Mélanger la solution A avec la solution B et volumer à 1000 ml.

**d- Calcul:**

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ (INS)} = \frac{\text{L} \times \Delta \times 200}{1000 \times 2 \text{ g} \times 10 \text{ ml}} \times 100 \quad (3)$$

**e-Procédure**

- 1) Déterminer le % de  $\text{P}_2\text{O}_5$  Total.
- 2) Déterminer le % de  $\text{P}_2\text{O}_5$  insoluble dans le citrate.
- 3) Calculer le  $\text{P}_2\text{O}_5$  assimilable comme :

$$\% \text{ de } \text{P}_2\text{O}_5 \text{ assimilable} = \% \text{ de } \text{P}_2\text{O}_5 \text{ Total} - \% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ insoluble dans le citrate}$$

**III.2.4. Dosage photométrique de potassium****a- Mode opératoire**

Dans un vase à saturation :

- ✓ Mettre 5 grammes d'échantillon d'engrais à analyser avec environ 50 ml d'eau distillée.
- ✓ Faites bouillir sur plaque chauffante environ 10 à 15 minutes.
- ✓ Refroidir.
- ✓ Transvaser cette solution dans une fiole de 500 ml.
- ✓ Homogénéiser puis jauger.
- ✓ Filtrer cette solution sur papier filtre.
- ✓ Récupérer une bonne quantité du filtrat clair.
- ✓ Pipeter 5 ml du filtrat clair dans une autre fiole 500 ml contenant déjà 300 ml eau distillée et 50 ml solution  $\text{K}_2\text{O}$ .
- ✓ jauger et agiter.
- ✓ Faites une mesure dans un photomètre à flamme.
- ✓ Faites une dilution en cas où l'échantillon est supérieur à la lecture de l'étalon supérieur.
- ✓ Dans le cas où l'échantillon est inférieur à la lecture de l'étalon moyen. Remplacer cet étalon par un autre étalon inférieur à celui-ci.

**b- Calcul**

$$\% K_2O = \left[ (Es - Em) \times \frac{(Le - Lm)}{(Ls - Lm)} \right] + Em \quad (4)$$

**Es** : Etalon supérieur

**Em** : Etalon moyen

**Le** : lecture de l'échantillon à analyser

**Lm** : lecture de l'étalon moyen

**Ls** : lecture de l'étalon supérieur

**III.2.5. Détermination de la dureté****a- Principe**

Utiliser l'appareil FEDDELER qui travaille selon le principe de :

$$K_p \text{ force} \times \text{distance} = K_p \text{ résistance} \times \text{distance} \text{ (à vitesse constante)}$$

Les distances de la résistance et de la force sont égaux (la distance entre les Kg de l'échelle est la même que la distance entre le bras de résistance).

**b- Procédure**

Sélectionner 10 grains du tamis de 2.5 mm et déterminer la force à la rupture de chacun d'eux. Quelques fois, avant la rupture de grain, il commence à se crevasser. Il faut prendre cette force comme force de rupture.

**c- Calculs**

Déterminer la valeur moyenne des forces de rupture de tous les grains et calculer la déviation standard.

**III.2.6. Analyse de PH**

Abréviation du terme potentiel hydrogène (H), le pH est un paramètre qui permet de définir si un milieu est acide ou basique. Le pH de l'eau pure à 25°C est égal à 7, c'est cette valeur qui a été choisie comme référence d'un milieu neutre, un milieu acide est caractérisé par la

présence d'ions oxonium  $\text{H}_3\text{O}^+$  qui proviennent de la fixation sur une molécule d'eau d'un proton  $\text{H}^+$ . Une solution aqueuse est donc considérée comme acide si elle contient plus d'ions  $\text{H}_3\text{O}^+$  que l'eau pure, son pH est alors inférieur à 7, un milieu basique est quant à lui caractérisé par la présence d'ions hydroxydes  $\text{HO}^-$  formés par perte d'un proton  $\text{H}^+$  par une molécule d'eau. Si une solution aqueuse contient plus d'ions  $\text{HO}^-$  que l'eau pure, elle est basique et son pH est supérieur à 7, Le pH est un facteur logarithmique : quand une solution devient dix fois plus acide, son pH diminue d'une unité. Si elle devient 100 fois plus acide, le pH diminuera alors de deux unités [11].

# *Partie expérimentale*

## *Analyse de qualité*

## VI. Introduction

Après analyse des différents échantillons, les résultats obtenus sont récapitulés dans des tableaux pour éventuelles interprétations. Les résultats d'engrais fabriqués à base d'acide phosphorique seul sont représentés dans les cinq premiers tableaux, alors que les tableaux V.6 ? V.7, V.8, V.9 et V.10 englobent les résultats d'analyse des engrais à base de roche de phosphate. Le but étant de comparer les résultats obtenus par les deux méthodes.

### VI.2. Résultats d'analyse d'engrais à base d'acide phosphorique

**Tableau VI.1:** Analyse de qualité d'engrais journée 19 Avril 2015

Paramètres	L 2000						Tolérance	Specs Mini	Specs maxi	Moyenne journée
	Poste 1		Poste 2		Poste 3					
H <sub>2</sub> O %	0,93	0,81	0,89	1,34	0,78	0,82			1,3	0,93
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Tot %	16,3	15,19	14,16	14,44	15,27	15,67	-	13,9	15,00	15,17
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> assimilable %	15,89	14,87	13,9	13,95	15,02	15,23	0	13,9	15,00	14,81
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Sol. Eau %	15,53	14,62	13,61	13,67	14,73	14,98		13,9	15	14,52
K <sub>2</sub> O %	13,33	12,78	14,71	14,34	14,72	14,25	0	13,9	15,00	14,02
pH solution à 10%	5	5,28	5,5	6	5,77	5,7	-	5,5	7	5,54
Dureté (Kg)	4,96	4,89	5,54	4,85	5,82	5,59	-	4,5		5,28

Dans ce bulletin on observe que l'analyse de l'engrais dans les meilleurs résultats bonne qualité chimique et physique et le point essentielle et l'analyse de p<sub>2</sub>O<sub>5</sub> assimilable et totale en vue que les paramètres dans la norme

**Tableau VI.2** : Analyse de qualité d'engrais journée 20 avril 2015

Paramètres	L 2000						Tolerance	Specs Mini	Specs maxi	Moyenne journée
	Poste 1		Poste 2		Poste 3					
H <sub>2</sub> O %	1,4	1,3	1,03	1,05	1,3	1,5			1,3	1,24
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .Tot %	13,32	13,45	15	15,2	12,95	13	-	13,9	15,00	13,82
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .assimilable %	12,92	13	14,47	15	12,6	15	0	13,9	15,00	13,83
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Sol. Eau %	12,08	13	13,62	13,8	12,13	12,5		13,9	15,00	12,85
K <sub>2</sub> O %	11,48	12	12,22	12,5	12,22	12,5	0	13,9	15,00	12,15
pH solution à 10%	6,02	6	6,48	6,5	5,77	6	-	5,5	7	6,12
Dureté (Kg)	3,94	4	3,42	3,8	4,18	4,01	-	4,5		3,89

Dans se bulletin en observe que l'analyse de l'engrais dans les meilleurs résultats bonne qualité chimique et physique et le point essentielle et l'analyse de p<sub>2</sub>o<sub>5</sub> assim et tot en vue que les paramètres impôt or la norme la norme

**Tableau VI .3** Analyse de qualité d'engrais journée 21 avril 2015

Paramètres	L 2000						Tolerance	Specs Mini	Specs Maxi	Moyenne journée
	Poste 1		Poste 2		Poste 3					
H <sub>2</sub> O %	0,89	1,09	1,19	1,07	1,2	1,05			1,3	1,08
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .Tot %	14,33	15,13	13,73	14,33	13,38	14,1	-		15,00	14,17
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Sol. Eau %	13,7	14,82	13,03	13,93	13,6	13,75	0	13,9	15,00	13,80
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .assimilable %	13,03	14,25	12,64	13,44	12,4	12,6		13,9	15,00	13,06
K <sub>2</sub> O %	12,54	12,11	13,7	13,27	12,6	13,1	0	13,9	15,00	12,89
pH solution à 10%	5,65	5,82	5,71	5,57	6,6	6	-	5,5	7	5,85
Dureté (Kg)	6,25	5,8	4,41	5,57	5,5	5,1	-	4,5		5,44

Dans se bulletin en observe que l'analyse de l'engrais dans les meilleurs résultats bonne qualité chimique et physique et le point essentielle et l'analyse de p<sub>2</sub>o<sub>5</sub> assim et tot en vue que les paramètres dans la norme

**Tableau V I.4** Analyse de qualité d'engrais journée 22 avril 2015

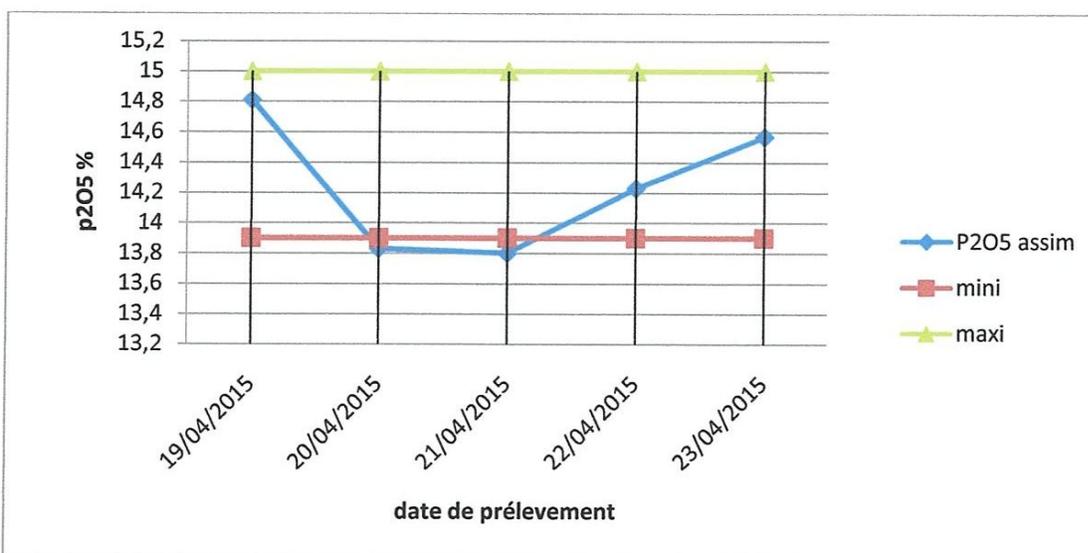
Paramètres	L 2000						Tolerance	Specs Mini	Specs Maxi	Moyenne journée
	Poste1		Poste 2		Poste 3					
H <sub>2</sub> O %	1,59	1,49	0,88	0,9	1,33	0,7		1,3	1,14	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .Tot %	12,35	13	15,05	15,5	15,6	16	-	13,9	15,00	14,58
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .assimilable %	12,35	13	14,86	15	15,18	15	0	13,9	15,00	14,23
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Sol. Eau %	12,23	14	14,56	14,5	14,73	15		13,9	15,00	14,17
K <sub>2</sub> O %	14,81	14,5	14,73	14,8	15,58	16	0	13,9	15,00	15,07
pH solution à 10%	5,6	5,5	5,7	5,55	5,6	5,50	-	5,5	7	5,57
Dureté (Kg)	3,91	4	4,38	4,31	4,1	4,0	-	4,5		4,11

Dans se bulletin en observe que l'engrais dans les meilleurs résultats bonne qualité chimique et physique et le point essentielle et l'analyse de p<sub>2</sub>o<sub>5</sub> assim et tot en vue que les paramètres dans la norme

**TABLEU VI.5** Analyse de qualité d'engrais journée 23 avril 2015

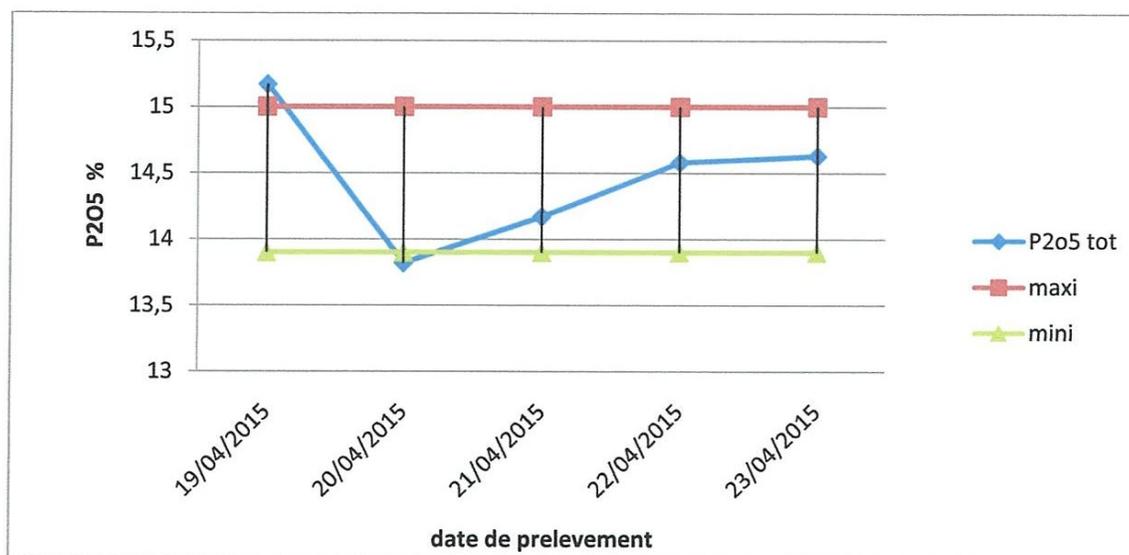
Paramètres	L 2000						Tolerance	Specs Mini	Specs Maxi	Moyenne journée
	Poste1		Poste 2		Poste 3					
H <sub>2</sub> O %	0,9	0,8	0,77	0,99	1,27	1,25		1,3	0,99	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .Tot %	13,6	14,5	15	14,85	14,86	15	-	13,9	15,00	14,63
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .assimilable %	13,4	14,8	14,25	15	14,9	15,1	0	13,9	15,00	14,57
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Sol. Eau %	14	15	14,9	14,8	13,99	14,1		13,9	15,00	14,46
K <sub>2</sub> O %	13,2	14	13	15	14,9	13	0	13,9	15,00	13,85
pH solution à 10%	5,4	5,8	5,4	5,7	5,4	5,6	-	5,5	7	5,55
Dureté (Kg)	3,85	4,1	4,21	4,5	4,4	4,3	-	4,5		4,22

Dans se bulletin en observe que l'analyse de l'engrais dans les meilleurs résultats bonne qualité chimique et physique et le point essentielle et l'analyse de p<sub>2</sub>o<sub>5</sub> assim et tot en vue que les paramètres dans la norme



**Figure VI.1**  $P_2O_5$  assimilable dans l'engrais

D'après ce graphe le pourcentage de  $P_2O_5$  assimilable n'était pas dans les normes durant le 20 et 21 avril Alors que ces normes étaient bien respectées durant les trois autres journées.



**Figure VI.2** Pourcentage De  $P_2O_5$  Tot Dans L'engrais

Dans ce graphe on peut observer que les pourcentages de  $p_2o_5$  sont dans la norme prescrite durant la majorité de production.

## VI.2. Résultats d'analyse d'engrais a base de roche de phosphate

TABLEU VI.6 Analyse de qualité d'engrais journée 10 janvier 2015

Paramètres	L 2000						Tolerance	Specs Mini	Specs maxi	Moyenne journée
	Poste 1		Poste 2		Poste 3					
H <sub>2</sub> O %	1	0,8	0,9	1,22	0,76	0,84			1.3	0,92
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .Tot %	14	13.95	14,1	14,2	14,27	14,67	-		15,00	14,19
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> assimilable %	13,89	12,87	13,9	13,95	12,02	13,23	0	13,9	15,00	13,31
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Sol. Eau %	14	14,62	13,61	13,67	13,85	14,5		13,9	15,00	14,04
K <sub>2</sub> O %	13,45	12,9	15	14,37	14,95	15,1	0	13,9	15,00	14,29
pH solution à 10%	5,5	5,4	5,65	5,80	5,45	5,45	-	5,5	7	5,54
Durcté (Kg)	4.85	4,89	5.04	5	5,82	5,6	-	4,5		5,2

Dans se bulletin en observe que l'analyse de l'engrais dans des mauvaise résultats de qualité chimique et physique et le point essentielle et l'analyse de p<sub>2</sub>o<sub>5</sub> assim et tot en vue que les paramètres or la norme

TABLEU VI.7 Analyse de qualité d'engrais journée 11 janvier 2015

Paramètres	L 2000						Tolerance	Specs Mini	Specs Maxi	Moyenne journée
	Poste 1		Poste 2		Poste 3					
H <sub>2</sub> O %	1,4	1,3	1,03	1,05	1,3	1,5			1.3	1,26
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .Tot %	13,32	14.88	15	14	12,95	13	-	13,9	15,00	13,85
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .assimilable %	12,92	13,5	14,47	13,10	12,6	12,95	0	13,9	15,00	13,25
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Sol. Eau %	12,08	13,05	13,62	13,22	12,13	12,22		13,9	15,00	12,72
K <sub>2</sub> O %	11,48	12	12,22	13	12,22	12,5	0	13,9	15,00	12,23
pH solution à 10%	6,02	6,02	6,48	5,45	5,77	6	-	5,5	7	5,95
Dureté (Kg)	3,94	3,45	3,42	3,95	4,18	4,5	-	4,5		3,90

Dans se bulletin en observe que l'analyse de l'engrais dans des mauvaise résultats de qualité chimique et physique et le point essentielle et l'analyse de p<sub>2</sub>o<sub>5</sub> assim tot en vue que les paramètres or la norme

TABLEU VI.8 Analyse de qualité d'engrais journée 12 janvier 2015

Paramètres	L 2000						Tolerance	Specs Mini	Specs Maxi	Moyenne journée
	Poste1		Poste 2		Poste 3					
H <sub>2</sub> O %	0,85	1,22	1,11	1,01	1,35	1,07		1,3	1,10	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Tot %	14,44	14,13	13,73	13,14	14,02	14,14	-	13,9	15,00	13,93
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .assimilable %	13,65	13,82	12,03	12,95	13,04	13,12	0	13,9	15,00	13,10
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Sol. Eau %	13,07	13,12	12,64	12,44	12,45	12,45		13,9	15,00	12,69
K <sub>2</sub> O %	13,02	13,11	13,54	13,78	13,12	13,45	0	13,9	15,00	13,33
pH solution à 10%	5,44	5,33	5,77	5,6	6,99	6,45	-	5,5	7	5,93
Dureté (Kg)	4,4	4,8	5,41	6,57	4,5	4,1	-	4,5		4,96

Dans se bulletin en observe que l'analyse de l'engrais dans des mauvaise résultats de qualité chimique et physique et le point essentielle et l'analyse de p<sub>2</sub>o<sub>5</sub> assim et tot en vue que les paramètres or la norme.

TABLEU VI.9 Analyse de qualité d'engrais journée 13 janvier 2015

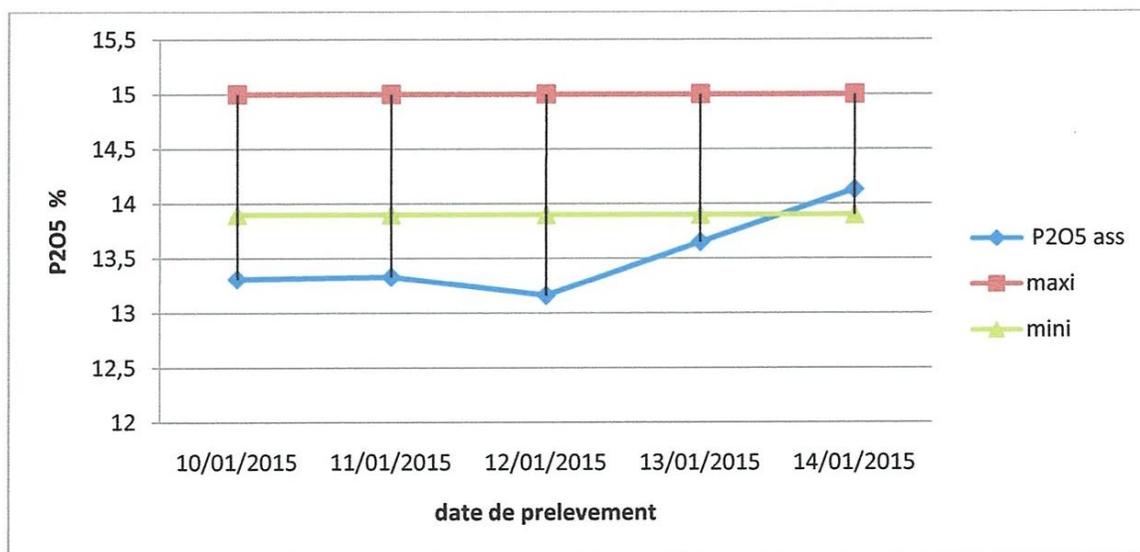
Paramètres	L 2000						Tolerance	Specs Mini	Specs Maxi	Moyenne journée
	Poste1		Poste 2		Poste 3					
H <sub>2</sub> O %	1,44	1,35	1	1,1	1,22	1,14		1,3	1,20	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .Tot %	12,14	13	14,5	13,3	14,4	15,5	-	15,00	13,80	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .assimilable %	12,4	13	14	13,5	14,18	14	0	13,9	15,00	13,51
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Sol. Eau %	12,23	13	13,56	13,5	14,73	13		13,9	15,00	13,33
K <sub>2</sub> O %	12,81	12,5	12,73	13,8	14,58	12	0	13,9	15,00	13,03
pH solution à 10%	5,5	5,6	5,4	5,4	5,22	5,45	-	5,5	7	5,42
Dureté (Kg)	4,91	3,9	3,38	3,31	4,5	3,0	-	4,5		4

Dans se bulletin en observe que l'analyse de l'engrais dans des mauvaise résultats de qualité chimique et physique et le point essentielle et l'analyse de p<sub>2</sub>o<sub>5</sub> assim et tot en vue que les paramètres or la norme.

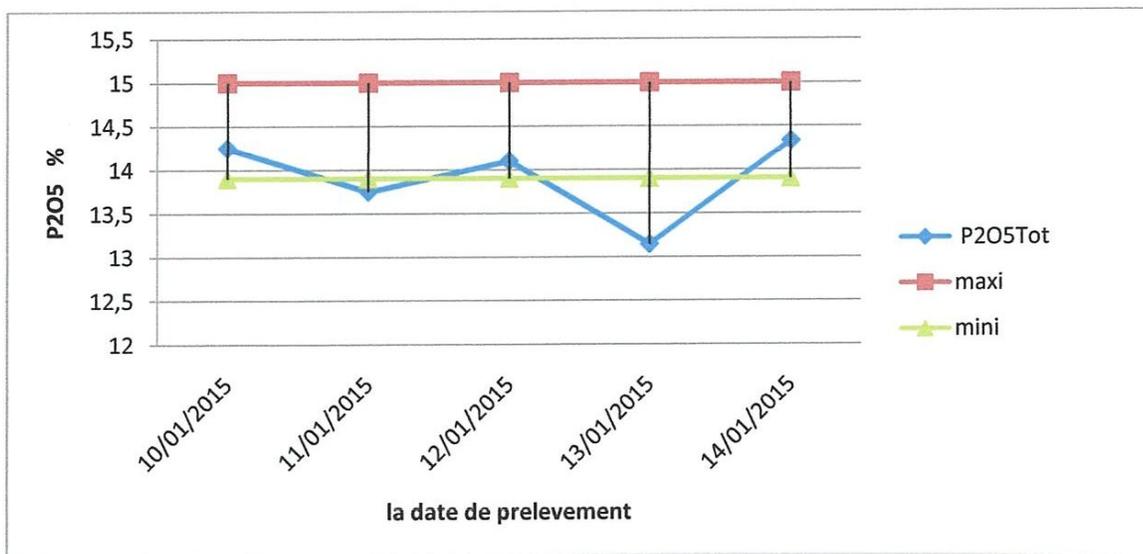
TABLEU VI.10 Analyse de qualité d'engrais journée 14 janvier 2015

Paramètres	L 2000						Tolerance	Specs Mini	Specs maxi	Moyenne journée
	Poste1		Poste 2		Poste 3					
H <sub>2</sub> O %	1,59	1.52	0,88	1	1,33	1.2			1.3	1,25
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .Tot %	12,35	12.5	15,05	15.5	15,6	15.5	-	13.9	15,00	14,41
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .assimilable %	12,35	12.5	14,86	14.5	15,18	15	0	13.9	15,00	14,06
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Sol. Eau %	12,23	12.4	14,56	15	14,73	15		13.9	15,00	13,98
K <sub>2</sub> O %	14,81	15	14,73	14.5	15,58	15	0	13,9	15,00	14,93
Durcté (Kg)	4,2	3.4	3,38	3.4	4,5	4	-	4,5		3,81
pH solution à 10%	5,6	5.5	5,7	5.8	5,6	5.7	-	5.5	7	5,63

Dans se bulletin en observe que l'analyse de l'engrais dans des mauvaise résultats de qualité chimique et physique et le point essentielle et l'analyse de p<sub>2</sub>o<sub>5</sub> assim et tot en vue que les paramètres or la norme

Figure VI.3 Pourcentage De P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> assimilable Dan L'engrais

Dans ce graphe on remarque que le pourcentage de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> assimilable était inférieur aux valeurs requises durant la majorité des journées de pro, c'est du a la source de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> qui est la roche de phosphate dont l'attaque par les acides n'aurait pas été adéquate a cause des impuretés contenues dans la roche.



**Figure VI.4** Pourcentage De P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> totale Dans L'engrais

Dans ce graphe on peut observer que les pourcentages de p<sub>2</sub>o<sub>5</sub> totale sont dans les normes durant la majorité des journées or la norme dans la majorité des jours.

### VI.3 Discussions des résultats

Après discussions des résultats on conclut que l'engrais fabriqué à base d'acide phosphorique seule dans les meilleurs résultats. On va discuter la qualité d'engrais en fonction de ces paramètres qui sont contenus dans les deux tableaux suivants [11]

**Tableaux VI.11** Moyennes Par Journées Des Paramètres Étudiés

La date De relèvement	19/ 4/ 2015	20/ 4 /2015	21/ 4 /2015	22/ 4/ 2015	23/ 4 /2015
H <sub>2</sub> O %	0,93	1.24	1.08	1,14	0.99
Dureté (Kg)	5.28	3.89	5.44	4.11	4.22
pH solution à 10%	5.54	6.12	5.85	5.57	5.55
K <sub>2</sub> O	14.02	12.15	12.89	15.07	13.85

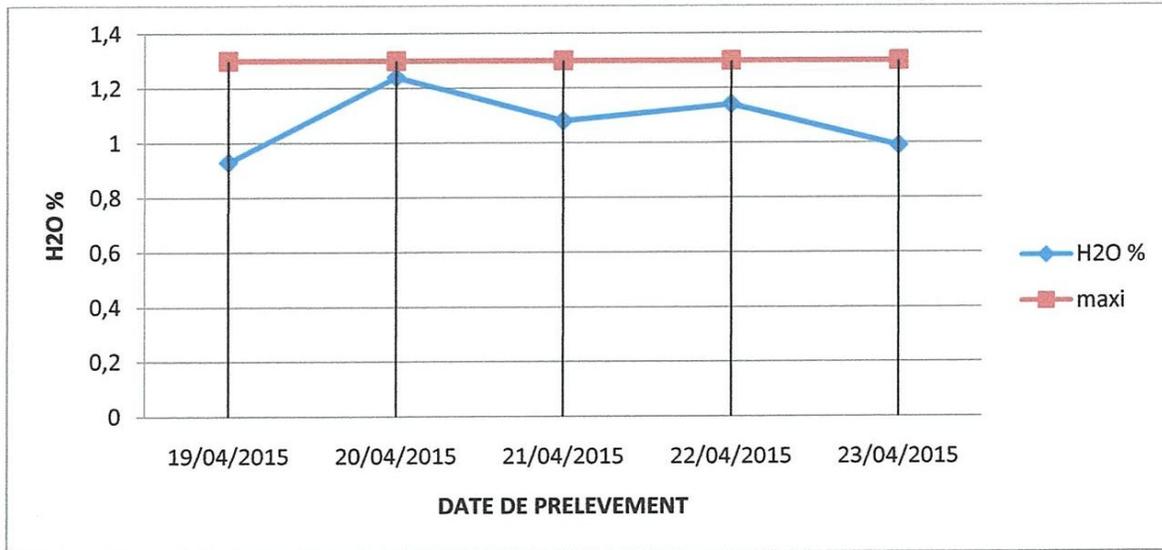


Figure VI.5 Pourcentage d'eau en engrais

En observe que le pourcentage d'humidité sure la norme dans tous les jours

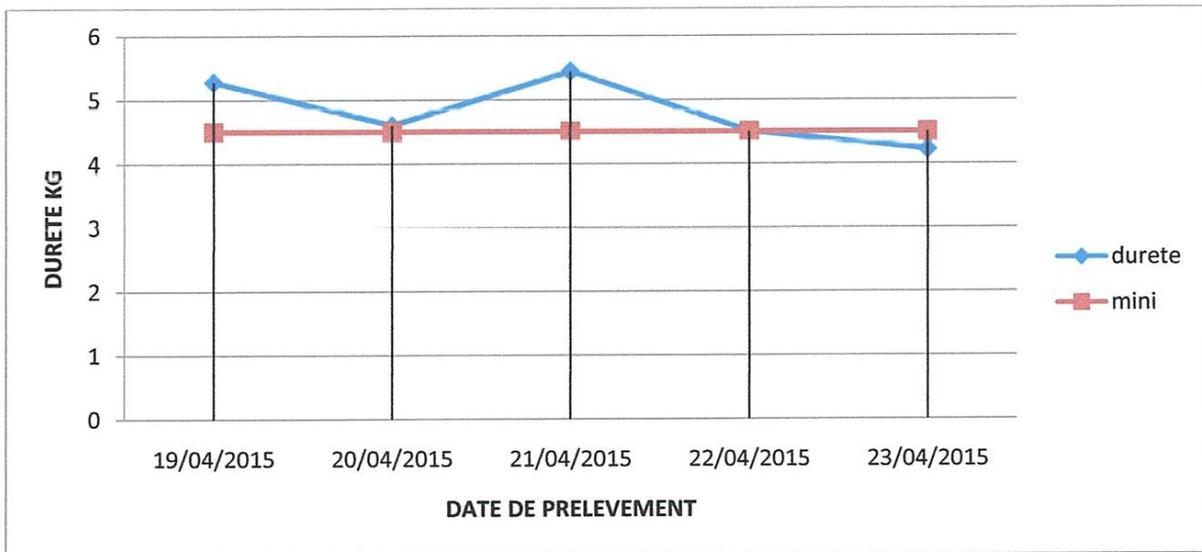


FIGURE VI.6 La duret  D'engrais

On observe que la duret  hors la norme dans deux jours le 3 avril et 20 avril

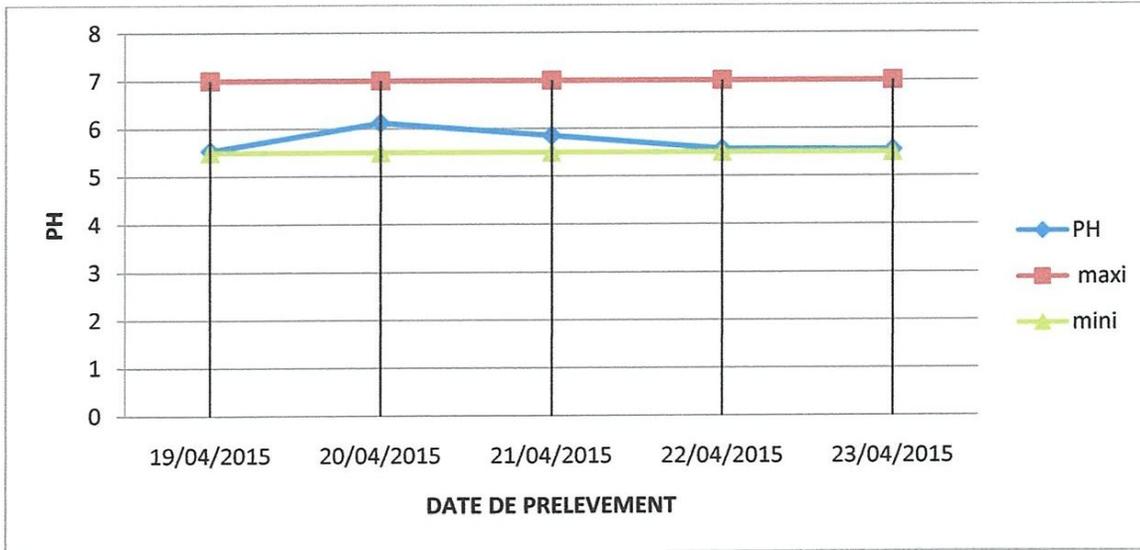


Figure VI.7 PH d'engrais

On observe que le ph et dans la norme dans toutes les journées de prélèvement

On observe que le ph et dans les normes dans tous les jours

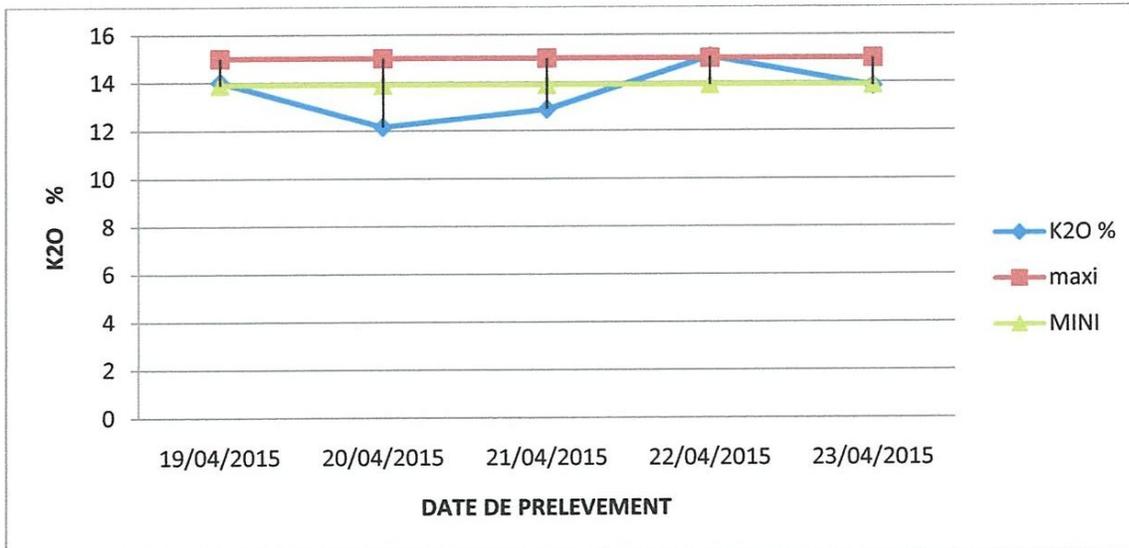
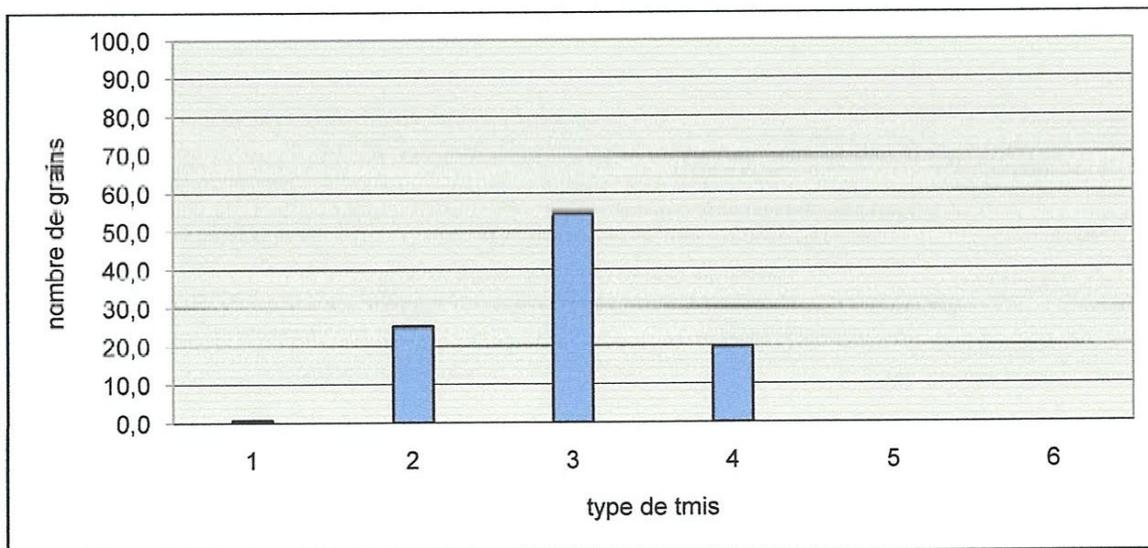


Figure V1.8 Pourcentage de potassium en engrais

On observe que le  $k_{20}$  hors la norme a cause de produit primaire de venit de recyclage pauvre en  $k_{20}$

**Tableaux V.12** Analyse granulométrique journée 24 mars 2015

Série de tamis	Tamis (en mm)	Poste 1		Poste 2		Poste 3		Moyenne journée		Spécif
		L2000	L2000	L2000	L2000	L2000	L2000			
1	> 5	0	0	1	1	1	1	0,7	0,7	< 1
2	4 - 5	19	20	23	37	22	30	25,2	99,3	> 94
3	3.15 - 4	53	54	57	51	58	53	54,3		
4	2 - 3.15	28	26	19	11	19	16	19,8		
5	1 - 2	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	< 4
6	<1	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	< 1

**Figure VI.9** nombre de grains de produit marchand en fonction de série de tamis

On observe que la granulation 3.15-4 produite marchand et la quantité majors de produit finis et 25.2 % de produite 4-5 et 19.8 de 2-3.15

Tableaux V.13 Analyse granulométrique journée

Serie de tamis	Tamis (en mm)	Poste 1		Poste 2		Poste 3		Moyenne journée		Spécif
		L2000		L2000		L2000				
1	> 5	1	0	0	1	0	0	0,3	0,3	< 1
2	4 - 5	23	10	14	13	18	15	15,5	99,7	> 94
3	3.15 - 4	55	46	50	49	48	56	50,7		
4	2 - 3.15	21	44	36	37	34	29	33,5		
5	1 - 2	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	< 4
6	<1	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	< 1

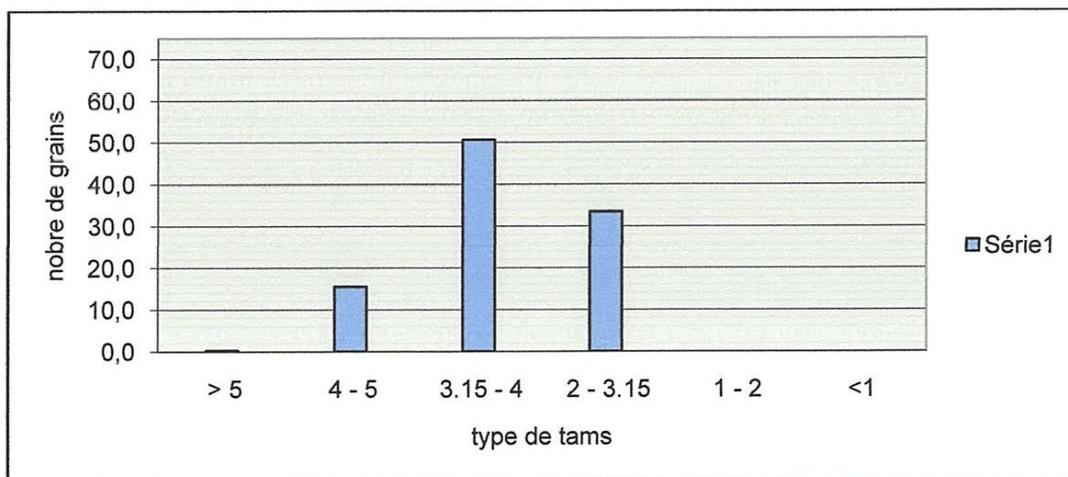


Figure VI.10 nombre de grains de produit marchant en fonction de série de tamis

On observe que la granulation 3.15-4 produite marchant et la quantité majors de produit finis et 25.2 % de produite 4-5 et 19.8 de 2-3

## Conclusion

Après discussions et interprétation des résultats en voie que le procédé d'engrais fabrique a base d'acide phosphorique est le meilleure procédé [11] parce que ca donne un engrais avec meilleure qualité chimique et physique PH Dureté,  $P_2O_5$ .

## Conclusion générale

## *Conclusion générale*

Le travail que nous avons effectué dans le cadre de la réalisation de ce mémoire nous a permis d'approfondir nos connaissances dans le domaine de production des engrais (procédé de fabrication d'engrais NPK triple 15) et l'analyse chimique notamment en gravimétrie, et en spectrophotométrie.

Nous avons également élargit nos connaissances dans le domaine de production d'engrais triple 15 suivant deux procédés différents et effectué la différence entre les 2 procédés

Les expériences que nous avons effectuées sur les deux procédés basées sur l'analyse de  $P_2O_5$  totale et assimilable montre que le procédé de fabrication d'engrais triple 15 à base d'acide phosphorique seule donne les meilleurs résultats que l'autre procédé.

## Référence bibliographique

---

- [1] \* Rehamnia S., Bouhachemane M., 2011. Caracterisation des eaux **residuaires** industrielles. Etude analytique et statistique Fertial-Annaba. Memoire de fin **cretudes**\_ Departement de genie des procedes, universite Badji Mokhtar, Annaba, 106 pages.
- [2] El Yamani M., 2006. Pollution Atmospherique urbaine, Environnementaux et milieux, Afsset, 316 pages.
- [3] Dembele S., Yacine L., 2012. Procédé de fabrication des engrais NPK et SSP. Rapport de stage, Fertial, Annaba, 38 pages.
- [4] BERRAIS A., 2011. Etude de la fissuration et la soudabilite de la couronne dent& du secheur de l'unité NPK-Fertial. Memoire de fin d'etude, Departement de metallurgic et genie des materiaux, Universite Badji Mokhtar, 81 pages.
- [5] Manuel utilisation des engrais. 2010. Grandes cultures arboriculture culture maraicheres et industrielles. Societe de fertilisants d'Algerie Fertial SPA, 100 pages.
- [6] Robert P., Jean P., Scharf F., 2002. Chimie industrielle. Editeur DUNOD, 1160 pages.
- [7] Gerard G., 2004. Lutte contre la pollution des eaux, valorisation energetique des boues. Technique de l'ingenieur, Paris.
- [8] BOEGLIN J., ROUBATY J., 2007. Pollution industrielle de l'eau - Caracterisation, classification, 360 pages.
- [9] Meinkh F., Stoof J., Kohschuetter H., 1977. Les eaux usees industrielles. Paris. Editions Masson. Paris, New York, Barcelone, Milan, 587 pages.

## Référence bibliographique

---

[10] Degremont, 1989. Memento technique de l'eau laboratoire. Edition de cinquantaire. Technique et documentation, Paris, 592 pages.

[11] Bibliotheque de Fertial, Manuel de l'environnemental, Norme pour la preparation de Normes, procedures et instructions de Fertial, Conte)le des aspects environnementaux 2DQE002-E. Manuel de Gestion Environnemental ME, elaboration et gestion de normes.



Figure A-10.1. Dosimetre a l'unite NPK



Figure A-10.2. Les cuves d'attaque de l'un phosphore de l'unite NPK

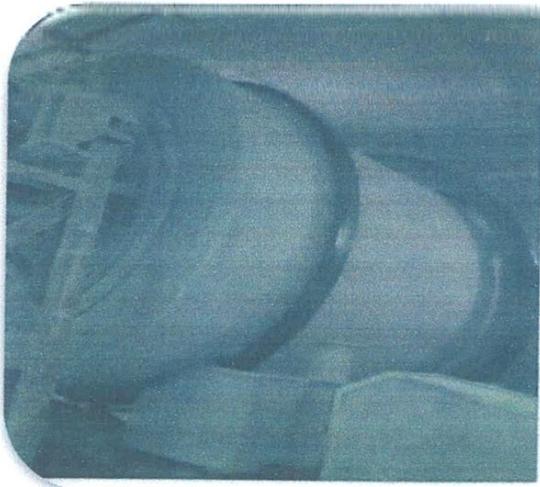


Figure A-1.3. Vue a l'exterieur de granulateur de l'unite NPK



Figure A-1.4. Vue a l'interieur de granulateur de l'unite NPK



Figure A-10.5 sécheur de l'unité NPK

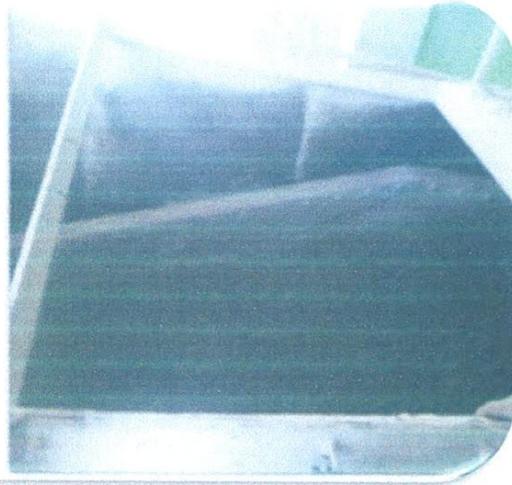


Figure A-10.6 scapler de l'unité NPK



Figure A-10.7 Refroidisseur de l'unité NPK



Figure A.1.8 Enrobeur de l'unité NPK



Figuro A 1.9.Bande transporteuse de l'unité NPK



Figure. A-1.10.Produit fini



Figure-1.11.Laboratoire de Fertial

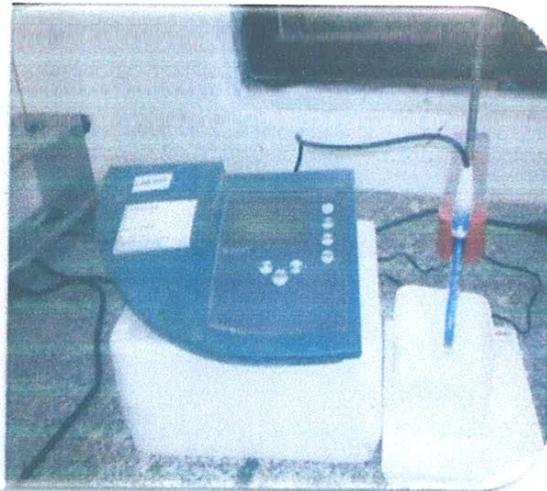


Figure -1.12. PH metre utilise au laboratoire de Fertial



Figure A-1.13. Appareillage pour la distillation du



Figure A-1.14. Appareil de dosage de  $P_2O_5$