

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



Université 8 Mai 1945 Guelma
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie des Procédés

Mémoire de Projet de Fin d'Etudes
2^{ème} Année Master

Description du procédé de synthèse de l'engrais « nitrate d'ammonium calcique CAN 27% » en azote suivi de son contrôle de qualité au complexe FERTIAL d'ANNABA

Filière : Génie des Procédés

Option : Matériaux et Génie des procédés : Génie chimique

Présenté par :

ABDOU ALIO Maarouf

Sous la direction de :

Dr ROUAIGUIA Samia

Juin 2015



“Supprimez les laboratoires, les sciences physique deviendront l’image de la stérilité et de la mort. Elles ne seront que des sciences d’enseignement limitées et impuissantes, et non des sciences de progrès et d’avenir. Rendez leur les laboratoires et avec eux réapparaîtra la vie, sa fécondité et sa puissance.”

Louis Pasteur (1868)

Remerciements

Louange à Allah le tout puissant de m'avoir donné la santé, la force et la possibilité de continuer mes études et de réaliser ce modeste travail.

Je tiens à exprimer ma gratitude à Mme **Rouaiguia** pour l'effort fourni, les conseils prodigués, sa patience et sa persévérance.

Je la remercie aussi d'avoir suivi, guidé et de m'avoir fait soutenir ce modeste travail.

J'adresse mes vifs remerciements également aux membres de jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer ce travail.

Je tiens à exprimer en particulier ma profonde reconnaissance et mes hommages à Mr **Fettar Mohamed** Co-encadreur à l'unité nitrate d'ammonium de FERTIAL d'Annaba ainsi que Mr **Ghenat Brahim** technicien chimiste principal au laboratoire de structure contrôle de qualité de FERTIAL pour leurs générosités et la grande patience dont ils ont su faire preuve malgré leur charge professionnelle. Sans oublier ma gratitude à toutes les équipes du service laboratoire de FERTIAL pour l'aide qui m'ont apporté.

Enfin je souhaite adresser mes remerciements les plus sincères aux personnes qui de près ou de loin m'ont apportées leur aide et leur contribution dans l'élaboration de ce mémoire.

Abdou Alio Maarouf

Dédicace

En premier lieu, Louange à Dieu le Miséricordieux qui m'a éclairé la
voix de la science et de la connaissance.

Je dédie ce travail, fruit de recherche et d'études:

A mes parents

A mes frères et sœurs

A mon cousin

A mes amis

A la communauté estudiantine nigérienne et étrangère de Guelma

A tous ceux qui me sont chers

Abdou Alio Maarouf

Sommaire

Introduction générale	1
------------------------------------	----------

Chapitre I : Présentation du complexe « FERTIAL » d'ANNABA

I.1. Historique	4
I.2. Les actionnaires de FERTIAL	4
I.2.1. Groupe VILLAR MIR à 66%.....	4
I.2.2. Groupe ASMIDAL à 34%.....	4
I.3. Organisation :	5
I.4. Système technologique :.....	5
I.5. Présentation « FERTIAL ».....	5
I.6. Activités du complexe « FERTIAL ».....	5
I.7. Objectifs du complexe	6
I.8. Certifications de l'usine FERTIAL	7
I.9. Charte sécurité qualité environnement de Ferial.....	7

Chapitre II : Généralités sur les engrais

II.1. Généralités sur les engrais.....	10
II.1.1. Les engrais : Définition.....	10
II.1.2. Les éléments principaux des engrais.....	10
II.1.3. Les différents types d'engrais	11
II.1.3.1. Les engrais organiques.....	11
II.1.3.2. Les engrais minéraux	12
II.1.3.3. Les engrais organo-minéraux.....	12
II.1.4. Engrais minéraux azotés simples	13
II.2. Généralités sur le nitrate d'ammonium	13
II.2.1. Propriétés chimiques	13

II.2.2. Données thermodynamiques	14
II.2.3. Décomposition du nitrate d'ammonium	16
II.2.4. Propriétés explosives du nitrate d'ammonium	16
II.2.5. Utilisations	17
II.3. Généralités sur l'engrais nitrate d'ammonium calcique	18
II.3.1. Propriétés physico-chimiques du nitrate d'ammonium calcique	18
II.3.2. Nitrate d'ammonium calcique 33,5% N.....	18
II.3.3. Nitrate d'ammonium calcique CAN 27% N:	19
II.3.4. Toxicologie et éco-toxicologie.....	19
II.4. Les matières premières entrant dans la fabrication du nitrate d'ammonium calcique	20
II.4.1. Matières premières réactionnelles.....	20
II.4.2. Matières inertes	21
II.4.3. Liqueur de nitrate d'ammonium.....	22
II.5. Effluents	22
II.5.1. Condensat du lavage de gaz (récupéré comme sous-produit)	22
II.5.2. Solides de filtration (récupérés en stockage de dolomite).....	22
II.5.3. Emissions gazeuses	23

Chapitre III : Description du procédé de synthèse du nitrate d'ammonium calcique CAN 27% en N

III.1. Présentation de l'unité de nitrate d'ammonium calcique (CAN 27%)	25
III.2. Base de conception	25
III.3. Identification des frontières du système	25
III.4. Description du procédé de synthèse du CAN 27 % N	26
III.4.1 Préparation de matières premières	26
III.4.1.1. Evaporation de l'ammoniac	26
III.4.1.2. Broyage de la dolomite	26
III.4.2. Neutralisation.....	27
III.4.3. Première concentration	29

III.4.4. Deuxième concentration	30
III.4.5. Homogénéisation	31
III.4.5.1. Ajustement de l'azoté	31
III.4.6 Prilling et refroidissement des prills	33
III.4.6.1. Prilling (Granulation).....	33
III.4.6.2. Refroidissement des prills.....	34
III.4.7. Criblage.....	35
III.4.8. Enrobage des prills	35
III.4.9. Stockage et ensachage	36
III.5. Lavage de l'air de refroidissement	36

Chapitre IV : Contrôle de qualité du nitrate d'ammonium calcique CAN 27% en N

Introduction.....	39
IV.1. Définition des objectifs.....	39
IV.2. Analyses effectuées	39
IV.2.1. Humidité	40
IV.2.2. Mesure de pH	40
IV.2.3. Détermination de la densité apparente:	41
IV.2.4. Détermination de la dureté	41
IV.2.5. Détermination de la granulométrie	42
IV.2.6. Dosage de l'enrobage.....	43
IV.2.7. Dosage de l'azote total (N_T)	43
IV.2.8. Dosage de l'azote ammoniacal (N_{AMM}).....	45
IV.2.9. Déduction de l'azote nitrique	45
IV.2.10. Détermination de la teneur de nitrate de calcium ($Ca(NO_3)_2$).....	45
IV.2.11. Détermination de la dureté totale et de la dureté calcique.....	46
Conclusion	47

Chapitre V : Résultats et discussions

Introduction.....	49
V.1. Résultats des analyses	49
V.1.1. Résultats des différents paramètres pour la première journée	49
V.1.2. Résultats des différents paramètres pour la deuxième journée	53
V.1.3. Résultats des différents paramètres pour la troisième journée.....	54
V.1.4. Résultats des différents paramètres pour la quatrième journée.....	55
V.1.5. Résultats des différents paramètres pour la cinquième journée	56
V.2. Discussions des résultats d'analyses	57
V.3. Application d'outil qualité : méthodes des cinq (5) pourquoi	60
V.3.1. Procédure des « 5 pourquoi ? ».....	60
V.3.2. Application des cinq pourquoi ? sur le nitrate d'ammonium calcique CAN27% en N.....	60
V.3.2.1. Bilan matière première.....	61
V.4. Discussion	64
Conclusion	65

Conclusion générale et perspective67

Références bibliographiques

Annexe 1

Annexe 2

Liste d'appellation

Liste des figures

Figure III- 1: Broyage de la dolomite.....	27
Figure III- 2: Neutralisation de l'ammoniac par l'acide nitrique	29
Figure III- 3: Deuxième concentration	31
Figure III- 4: Homogénéisation.....	32
Figure III- 5: Prilling (granulation).....	33
Figure III- 6: Prilling et refroidissement des prills	34
Figure III- 7: Criblage.....	35
Figure III- 8: Organigramme du procédé de synthèse du nitrate d'ammonium calcique	37
Figure V- 1: Teneur d'azote en fonction des moyennes de production journalières.....	58
Figure V- 2 : pH en fonction des moyennes journalières de production.	59
Figure V- 3 : Taux d'humidité et dureté en fonction des moyennes journalière de production. ..	59
Figure V- 4 : Taux d'azote et teneur de dolomite en fonction des moyennes journalières de production.	65

Liste des tableaux

Tableau I- 1: Capacités des unités de productions.....	6
Tableau I- 2: L'exportation des produits	7
Tableau II- 1: Composition du NH_4NO_3	14
Tableau II- 2: Données thermodynamiques de décomposition du nitrate d'ammonium.....	15
Tableau II- 3: Chaleur de dilution en fonction du nombre de molécules d'eau	16
Tableau V- 1 : Résultats de granulométrie	51
Tableau V- 2 : Résultats de dureté.....	51
Tableau V- 3: Granulométrie (première journée)	52
Tableau V- 4: Résultats des analyses (première journée).....	53
Tableau V- 5: Granulométrie (deuxième journée).....	53
Tableau V- 6 : Résultats des autres paramètres d'analyses (deuxième journée)	54
Tableau V- 7 : Granulométrie (troisième journée)	54
Tableau V- 8 : Résultats des analyses (troisième journée)	55
Tableau V- 9: Granulométrie (quatrième journée)	55
Tableau V- 10 : Résultats des autres analyses (quatrième journée).....	56
Tableau V- 11: Granulométrie (cinquième journée).....	56
Tableau V- 12 : Résultats des autres analyses (cinquième journée).....	57
Tableau V- 13 : Quantité des masses théoriques des matières premières.....	61
Tableau V- 14 : Quantités des masses moyennes pratiques des matières premières.....	63

Introduction générale

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

Les engrais furent utilisés dès l'Antiquité, où l'on ajoutait au sol, de façon empirique, les phosphates des os, l'azote des fumures animales et le potassium des cendres ^[1].

Dans les années 1970, dans le cadre de sa politique d'autosuffisance alimentaire, le gouvernement algérien créa le complexe pétrochimique d'Annaba (FERTIAL actuelle). Le complexe est conçu pour la production d'engrais phosphatés et azotés dans le but de satisfaire les besoins du pays en fertilisants et éventuellement exporter les excédents, car de nos jours, l'utilisation des engrais est inséparable de l'agriculture intensive qui permet d'obtenir de grandes quantités de produit à l'hectare. Parmi les engrais produits à FERTIAL d'Annaba, on définit le nitrate d'ammonium calcique (CAN 27%) comme étant l'engrais essentiel pour des légumes à feuilles. C'est un engrais simple et très demandé pour la fertilisation des terres agricoles. Il apparaît sous forme de granulés ayant des propriétés physico-chimiques bien préconisées. Ces propriétés sont déterminées en continu au niveau du laboratoire de structure contrôle qualité et environnement de l'entreprise qui a pour rôle de corriger et améliorer la qualité du produit fini.

C'est donc dans ce cadre, que notre travail aura comme objectifs la description du procédé de synthèse et le suivi de la qualité du nitrate d'ammonium calcique produit actuellement au complexe pétrochimique de production d'engrais FERTIAL d'Annaba.

Ce travail sera divisé en cinq chapitres:

- Le premier chapitre, qui portera sur la présentation de l'entreprise, c'est-à-dire présenter géographiquement, historiquement le complexe FERTIAL d'Annaba.
- Dans le deuxième chapitre, il sera question de donner un aperçu sur les engrais en général et sur le nitrate d'ammonium en particulier.
- Le troisième chapitre quant à lui, sera consacré à la description du procédé de fabrication d'engrais CAN 27% (nitrate d'ammonium calcique).

- Dans le quatrième chapitre, une série d'analyses sera effectuée sur le nitrate d'ammonium calcique afin de juger sa qualité.
- En cinquième chapitre, nous tenterons de faire une interprétation des résultats de nos expérimentations afin de juger la qualité du produit fini du nitrate d'ammonium calcique CAN 27% en les comparant aux normes de sa spécification et si nécessaire utiliser un outil qualité pour identifier et corriger les problèmes rencontrés lors de sa production.

Enfin clôturer l'ensemble du travail par une conclusion générale et perspective.



Chapitre I

**Présentation du complexe
« FERTIAL » d'Annaba**

Chapitre I : Présentation du complexe « FERTIAL » d'ANNABA ^[2]

I.1. Historique

Le complexe des engrais phosphatés et azotés de ANNABA a été construit dans les années soixante-dix par la société SONATRACH dans le but de satisfaire aux besoins du pays en fertilisants et éventuellement exporter les excédents.

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

En 1991, ASMIDAL a retenu dans son plan de restructuration la filiation des deux plateformes de production des engrais d'ANNABA et d'ARZEW. C'est ainsi qu'en 2000 les filiales d'Arzew et d'Annaba ont vu le jour.

Au mois de janvier 2005, dans le cadre de l'ouverture du capital des filiales et suite à l'intérêt du groupe VILLAR MIL (Espagne) pour une prise de participation dans le groupe ASMIDAL, les patrimoines des plateformes de production ont été regroupés dans la filiale FERTIAL.

Le 04 août 2005, ASMIDAL et le groupe VILLAR MIR ont conclu un accord portant la prise de participation de ce dernier dans FERTIAL par voie d'augmentation du capital à hauteur de 160 millions de dollars US, le ramenant ainsi à 17,7 milliard de Dinars Algériens.

I.2. Les actionnaires de FERTIAL

FERTIAL est organisée sous forme d'une société par action (SPA). Les actions sont détenues par : Groupe VILLAR MIR (66 %) et Groupe ASMIDAL (34 %).

I.2.1. Groupe VILLAR MIR à 66%

Le Groupe VILLAR MIR est un groupe espagnol industriel, privé diversifié et présent dans plusieurs secteurs actifs. Son chiffre d'affaires en 2005 est de 3450 millions d'Euros. Dans le secteur des engrais, il dispose à travers sa filiale FERTIBERIA, d'une capacité de production d'engrais de 5,6 millions de tonnes.

I.2.2. Groupe ASMIDAL à 34%

Pionnier en Algérie dans la production et la commercialisation des engrais et d'ammoniac, ASMIDAL a ouvert en 2005 le capital de ses filiales de production FERTIAL et ALZOFERT aux espagnols du Groupe VILLAR MIR (66%), de maintenance SOMIAS aux Tunisiens de ALKIMIAL (55%) et de production de STPP aux Britanniques de WOODGROP (55%).

Aujourd'hui ASMIDAL est devenue une société holding avec des participations dans plusieurs sociétés et instituts de distribution des engrais de FERTIAL à travers la filiale AZFERTRADE dont elle détient 100 % du capital.

I.3. Organisation

La société des fertilisants d'Algérie par abréviation « FERTIAL » est une société par action. Elle est chargée de la production, de la commercialisation et du développement des engrais : ammoniac et divers, son siège social est à Annaba et son potentiel de production est localisé à Annaba et à Arzew.

I.4. Système technologique

Les unités de production utilisent différentes technologies de pointe d'origine européenne et américaine (Exemple : unité d'Ammoniaque – procédé américain KELLOGG),

I.5. Présentation « FERTIAL »

Dans le complexe, il y'a lieu de distinguer deux zones ; la zone sud qui comprend les anciens ateliers dont le démarrage remonte à 1972 « engrais phosphatés » et la zone Nord « engrais Azotés » qui comprend les ateliers dit nouveaux et dont le démarrage remonte à 1982.

Zone sud : « engrais phosphatés » : composée de trois ateliers principaux :

- Atelier d'engrais : NPK et UAN liquide.
- Ateliers super simple phosphate : SSP
- Centrale utilités 1.

Zone nord : « engrais azotés » : cette zone quant à elle comprend cinq ensembles :

- Atelier acide nitrique.
- Atelier nitrate d'ammonium.
- Atelier d'ammoniac.
- L'installation de manutention et de stockage.
- Centrale utilités 2.

I.6. Activités du complexe « FERTIAL »

FERTIAL d'Annaba présente plusieurs activités, nous pouvons citer entre autres les activités les plus importantes :

- Production d'ammoniac (NH_3) liquide à -33°C : capacité 1000 T/j.
- Production d'ammonium ou /et de nitrate d'ammonium calcique à 27% d'azote (CAN) 02 lignes de 500 T/j chacune.
- Production d'acide nitrique : 02 lignes de 400 T/j chacune.
- Production des engrais phosphatés : 1000 T/j.
 - NPK 15.15.15 S ;
 - NPK 15.15.15 C ;
 - PK 04.20.2 ;
 - TSP 0.46.0.
- SSP (super simple phosphate) : capacité 1200 T/j.
- UINA (Urée Acide Nitrique) capacité 600 T/j
- Des engrais azotés :
 - Nitrate d'ammonium.
 - UAN 32%.
 - Urée 46% (importée).
 - Sulfate d'ammonium (importé).

Une partie du nitrate et d'ammoniac, est autoconsommée par l'entreprise elle-même pour la production d'engrais.

Tableau I- 1: Capacités des unités de productions.

Unités	Capacités de production en Tonne /an
Unité d'ammoniac	330 000
Unité d'acide nitrique	264 000
Unité de nitrate d'ammonium/ CAN	330 000
Unité UAN	240 000
Unité de NPK/TSP/PK/SULFAZOT	550 000
Unité SSP	2400

I.7. Objectifs du complexe

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

- Promouvoir et développer l'industrie des engrais et produits phytosanitaires ;
- Exploiter, gérer et rentabiliser les moyens humains, matériels et financiers dont elle dispose ;

- Satisfaire les besoins du marché national et international ;
- Favoriser l'épanouissement de l'esprit d'imagination et faire appel aux moyens locaux ;
- Développer la coopération dans le cadre de la politique nationale en la matière.

Tableau I- 2: L'exportation des produits

Produits	Pays
NH ₃	Espagne ; France ; Italie ; Grèce ; Belgique
Nitrate	Tunisie ; Maroc...
UAN	France ; Espagne ...
SSP	Maroc ; Grèce ; France ; Italie et le Brésil

I.8. Certifications de l'usine FERTIAL

Fertial compte, désormais, parmi les entreprises dont la gestion est soumise aux standards internationaux grâce à l'obtention des certifications **ISO 9001**, **14001** et l'**OHSAS 18001**. Elle a également obtenu l'accréditation **ISO 17025** pour son laboratoire agronomique et technique d'Annaba. Cela permettra à l'entreprise de soutenir son développement, de veiller scrupuleusement au respect strict de l'environnement, d'assurer la sécurité à ses employés et de fournir régulièrement aux clients un produit de qualité irréprochable et aux normes internationales. Fertial est aussi membre de l'international fertilizers association (IFA) et de l'arab fertilizers associations (AFA).

Par ailleurs, Fertial a réussi en 2013 à décrocher le prestigieux label **EFQM** (European foundation for quality management) une première en Algérie, cette distinction prouve ainsi l'excellence managériale à laquelle s'adonne Fertial depuis plusieurs mois. A noter que dans sa démarche de développement et d'excellence, Fertial ne cessera d'œuvrer dans ce sens visant l'obtention d'autre certification tout autant prestigieux notamment l'**ISO 50001**, l'**ISO 26000** et l'**OSO 31000**.

I.9. Charte sécurité qualité environnement de Fertial

Sécurité : Fertial ouvre sans cesse à l'amélioration des conditions d'hygiène et de sécurité que ce soit à l'intérieure de l'usine ou au niveau des installations industrielles. Fertial a doté ses deux sites industriels de deux équipes qui veillent à la sécurité des biens et des personnes dans les usines et a obtenu la certification OHSAS 18001. Le complexe assure ainsi, une sécurité optimale à ses employés. Depuis 2005, le nombre d'accidents de travail a été réduit

de plus de 80%. OHSAS 18001 : est la référentielle sécurité de l'entreprise (la société doit assurer une gestion rigoureuse et efficace de la santé et la sécurité au travail).

Qualité : Fertial ne cesse d'améliorer ses performances visant une gestion conforme aux exigences de management de la qualité notamment à travers la rénovation de ses installations industrielles, l'augmentation de ses capacités de production, la maîtrise parfaite du processus de production, la revalorisation permanente de sa ressource humaine et la certification ISO 9001.

Environnement : Certifiée **ISO 14001**, Fertial a engagé de nombreuses actions et investissements afin de préserver l'environnement, de réduire les émissions de gaz polluant et d'assurer une production de qualité.



Chapitre II

Généralités sur les engrais

Chapitre II : Généralités sur les engrais

II.1. Généralités sur les engrais

II.1.1. Les engrais : Définition

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

Les engrais permettent d'apporter en quantité voulue, un ou plusieurs éléments fertilisants comme l'azote, le phosphore, la potasse, le calcium, le magnésium... ainsi que des oligoéléments.

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 :

- de l'air : Le carbone (C) sous forme de CO_2 (anhydride carbonique);
- de l'eau : L'hydrogène (H) et l'oxygène (O) à l'état d'eau (H_2O) ;
- du sol et des engrais minéraux et organiques :
 - des éléments de base (macro éléments) : L'azote (N), le phosphore (P), le potassium (K) ;
 - des éléments secondaires : Le calcium (Ca), le magnésium (Mg), le soufre (S) ;
 - des oligo-éléments : 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 aux plantes qu'en cas de constatation de carence ^[3].

II.1.2. Les éléments principaux des engrais ^[4]

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, mais il convient de le distribuer sans excès car cela se ferait au détriment du développement des fleurs, des fruits (alimentation humaine) ou des bulbes. On trouve de l'azote dans le sang séché, dans les tontes de gazon ou dans le purin d'orties sous forme chimique (ion NO_3^- - dit « nitrate »), il est particulièrement soluble dans l'eau et utilisé en excès et 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. Il 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 lessivage, lié à la forte solubilité des nitrates dans l'eau. Au XXI^e siècle, 1 % de l'énergie consommée par les humains sert à produire de l'ammoniac produit qui fournit la moitié de l'azote nécessaire à la fabrication des engrais utilisés en agriculture.

II.1.3. Les différents types d'engrais ^[4]

On distingue généralement trois types d'engrais : organiques, minéraux et organo-minéraux.

II.1.3.1. Les engrais organiques

Les engrais organiques sont principalement issus de déchets naturels, végétaux ou animaux.

Ils sont utilisés en fertilisation de fond et libèrent progressivement des éléments nutritifs tels que l'azote, la potasse ou le phosphore mais aussi des oligo-éléments essentiels à la bonne santé de plantes. L'assimilation étant plus lente, il n'y a pas de risque de lessivage.

Les principaux engrais organiques d'origine végétale sont :

- Le tourteau de ricin
- Les divers purins de plantes (ortie, consoude...)
- Les engrais verts qui sont enfouis dans le sol après culture (moutarde, vesce, phacélie...)
- Les résidus verts, compostés ou non (feuilles mortes, tonte de pelouse, algues...)
- La vinasse de betterave.

Les principaux engrais organiques d'origine animale sont :

produits finis. Les autres constituants du fertilisant, sels simples et minéraux, apportant N. P. K sous des formes appropriées, sont dilués dans les matières organiques.

Noter que la matière organique présente dans certains engrais liquides n'est plus stable une fois celui-ci dilué : elle entre en décomposition sous l'effet des bactéries et la prolifération de celles-ci bouche les canalisations et orifices de sortie. Il n'y a que les engrais minéraux (en incluant les chélates pour les oligo-éléments) qui peuvent être utilisés dans ce cas et autres systèmes apparentés.

II.1.4. Engrais minéraux azotés simples

Les engrais minéraux simples azotés peuvent contenir l'élément azote sous forme ammoniacale et nitrique : ce sont les engrais ammoniaco-nitriques ou « ammonitrates ». Ils se composent de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) dont la teneur globale en azote est réduite par addition d'une matière de charge inerte par rapport au nitrate d'ammonium (NH_4NO_3), la teneur minimale en azote totale pour avoir la désignation « ammonitrate » est de 20%.

En fonction de la teneur en matière inerte, on distingue :

- Les ammonitrates à moyen dosage (inférieur à 28% en N provenant du nitrate d'ammonium)
- Les ammonitrates à haut dosage (28 à 33,5% en N provenant du nitrate d'ammonium)^[3].

II.2. Généralités sur le nitrate d'ammonium ^[5]

Le nitrate d'ammonium, NH_4NO_3 , n'est pas un composé naturel. Il a été élaboré pour la première fois en 1659 par Hans Rudolf Glauber, qui l'appela « nitrum flammans » en raison de la différence entre la couleur jaune de sa flamme et de celle du nitrate de potassium.

Le nitrate d'ammonium est produit principalement à partir d'ammoniac et d'acide nitrique selon la réaction (II-1):



De nos jours et vu son volume de production, il est considéré comme le plus important des composés azotés. Il est utilisé principalement comme engrais azoté et comme agent entrant dans la composition des explosifs civils et militaires.

II.2.1. Propriétés chimiques

Les principales caractéristiques du nitrate d'ammonium sont rassemblées ci-dessous :

• Formule chimique	NH_4NO_3
• Masse molaire	$80,05 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
• Densité	1,725
• Chaleur spécifique entre 0 et 31°C	$1,70 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
• Point de fusion	$169,6 - 170 \text{ }^\circ\text{C}$
• pH d'une solution à 0,1 M dans l'eau	5,43

Cette molécule à l'état pur possède une composition massique bien définie (tableau II-1) :

Tableau II- 1: Composition du NH_4NO_3

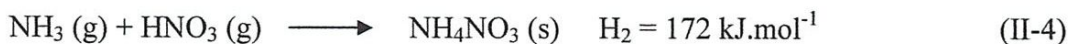
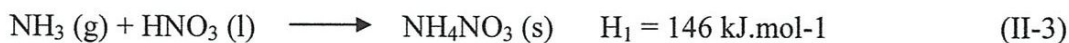
Atome	Pourcentage massique
H	4,99
N	34,97
O	59,96

II.2.2. Données thermodynamiques

❖ **Enthalpie de formation (H_f) du nitrate d'ammonium**



❖ **Enthalpie de réaction du nitrate d'ammonium :**



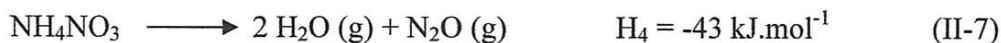
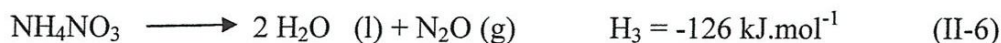
Ces réactions sont utilisées dans les procédés de fabrication du nitrate d'ammonium

❖ **Enthalpie de décomposition (H_d) du nitrate d'ammonium :**



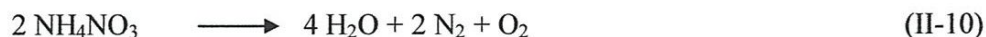
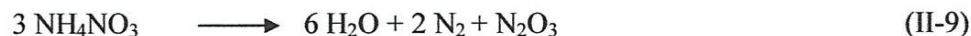
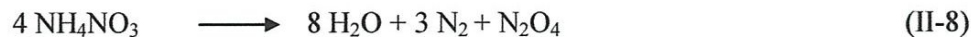
$$H_d = 2 H_f^\circ (\text{H}_2\text{O}) - H_f^\circ (\text{NH}_4\text{NO}_3) = -2 \times 241,8 + 365,56 = -118,04 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$$

❖ **Enthalpie de décomposition du nitrate d'ammonium avec formation de protoxyde d'azote :**



❖ **Autres réactions de décomposition du nitrate d'ammonium :**

Vers 300°C, une décomposition avec apparition de vapeurs nitreuses et d'azote libre en proportion croissante est observée :

❖ **Données thermodynamiques de décomposition thermique :**

Stable à température et pression ordinaires, le nitrate d'ammonium pur se décompose de manière complexe selon des réactions (tableau II-2) présentant différents effets thermodynamiques.

Tableau II - 2: Données thermodynamiques de décomposition du nitrate d'ammonium

Réaction	Température (C°)	Chaleur de réaction (J. g ⁻¹) ^a	Volume de gaz libre (cm ³ . g ⁻¹) ^b	Température de fin de réaction (°C)
$\text{NH}_4\text{NO}_3 \longrightarrow \text{NH}_3 + \text{HNO}_3$	170 – 180	2144	560	Endothermique
$\text{NH}_4\text{NO}_3 \longrightarrow \text{N}_2\text{O} + 2 \text{H}_2\text{O}$	210 – 260	-525	840	497
$\text{NH}_4\text{NO}_3 \longrightarrow \text{N}_2 + 2 \text{H}_2\text{O} + \frac{1}{2}\text{O}_2$	300	-1465	981	1287

- a) pour convertir les joules en calories, diviser par 4,184
 b) dans les conditions normales de température et de pression.

❖ **Chaleur de dilution**

La dissolution du nitrate d'ammonium est décrite comme étant accompagnée d'une absorption de chaleur considérable, utilisée pour la production de mélanges réfrigérants. La température au contact de la glace se fixe à une valeur très basse, qui peut atteindre -17°C.

La chaleur de dilution Q d'une solution, de composition $2 \text{NH}_4\text{NO}_3 + 5 \text{H}_2\text{O}$, par N molécules d'eau est:

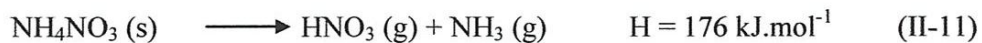
Tableau II- 3: Chaleur de dilution en fonction du nombre de molécules d'eau

N	1	5	15	35	95	195	395
Q (cal)	+ 670	+1280	+2520	+3580	+4580	+ 5020	+5230

II.2.3. Décomposition du nitrate d'ammonium

A température et pression ordinaires, ainsi que dans un large domaine autour de celles-ci, le nitrate d'ammonium reste inaltérable dans le temps pendant son stockage. C'est donc un corps chimiquement stable dans ces conditions. A des températures légèrement supérieures à son point de fusion, il subit certaines réactions étudiées par la suite. Les diverses réactions du nitrate d'ammonium sous l'effet de la chaleur ont été signalées dès 1869 ; certaines peuvent prendre une allure explosive, mais ce composé n'est qu'un explosif peu sensible. Des réactions de décomposition du nitrate d'ammonium par la chaleur sont présentées ci-après:

❖ Vaporisation du nitrate d'ammonium



Le nitrate d'ammonium chauffé se vaporise, avant sa température de fusion ($T_f = 169,6^\circ\text{C}$), en donnant une vapeur qui est dissociée en acide nitrique et en ammoniac. La vaporisation devient très importante vers 300°C . Cette réaction est fortement endothermique. De plus, elle est réversible : les vapeurs d'acide et d'ammoniac peuvent se recombiner pour former, sur une paroi froide, des cristaux de nitrate d'ammonium.

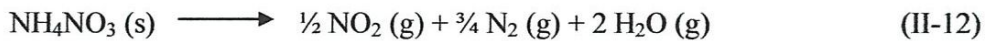
II.2.4. Propriétés explosives du nitrate d'ammonium

Il importe de faire une distinction entre le nitrate d'ammonium pur et le nitrate d'ammonium impur car leurs propriétés explosives peuvent être très différentes, même pour des teneurs très faibles de certaines impuretés. D'un point de vue théorique, le nitrate d'ammonium pur est un corps explosif, car il est susceptible d'éprouver des réactions exothermiques rapides avec émission d'une grande quantité de gaz chaud. Ce caractère explosif du nitrate d'ammonium a été étudié vers 1870 par Berthelot qui considérait que l'explosion franche de ce corps a lieu selon l'équation (II-13).

D'après cette équation, l'énergie libérée par l'explosion serait de 1580 kJ/kg, alors

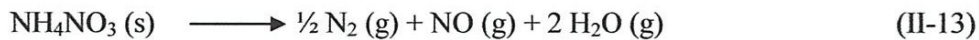
que les explosifs usuels fournissent entre 2500 et 6000 kJ/kg. Le nitrate d'ammonium, en tant qu'explosif, n'a qu'une médiocre puissance.

Quand la détonation du nitrate d'ammonium se produit, des fumées rouges peuvent être observées, attestant la présence de dioxyde d'azote. Ceci laisse supposer que la décomposition du nitrate a lieu, pour une part, selon l'équation :



Cette réaction libère à volume constant 1360 kJ/kg.

Une autre réaction peut intervenir, mais seulement pour une faible part, dans la détonation



Cette réaction libère très peu d'énergie : 450 kJ/kg.

II.2.5. Utilisations ^[6]

Le statut économique du nitrate d'ammonium a évolué depuis la Première Guerre Mondiale.

- A l'heure actuelle, la plus grande proportion de nitrate d'ammonium produit est utilisée en tant que fertilisant, sous le nom d'ammonitrate.
- En tant qu'oxydant, il est utilisé en chimie, par exemple pour oxyder des matériaux avant de les dissoudre dans un verre (technique de la perle fondue en spectrométrie de fluorescence X).
- Il peut être utilisé dans la fabrication d'engins explosifs, fournissant alors un explosif brisant très stable. Dans cette dernière utilisation il est souvent mélangé avec des hydrocarbures comme le gazole et amorcé à l'aide d'un autre explosif comme le TNT ; un mélange de ce type, utilisé dans l'exploitation minière, est nommée la donarite. Grâce à sa grande disponibilité, le mélange a été utilisé pour la fabrication de bombes artisanales dans certaines attaques terroristes comme l'attentat d'Oklahoma City, celui de Bali ou encore l'attentat de Marrakech en avril 2011.
- Au contact de l'eau, il se produit une très forte réaction endothermique. Il est ainsi utilisé dans les poches de froid instantané.

- Sous le nom de propellant il est utilisé dans l'industrie civile et militaire, en particulier dans l'industrie pétrolière pour la stimulation de puits ^[7].
- Il est également utilisé en adjonction à faible dose dans le combustible de l'enfumeur des apiculteurs pour endormir les abeilles dans certains cas de déplacement de la reine ou de modifications... car s'il est chauffé, il produit du protoxyde d'azote qui est un gaz anesthésiant.

Il doit être stocké et manipulé avec les précautions de rigueur.

II.3. Généralités sur l'engrais nitrate d'ammonium calcique

La fabrication du nitrate d'ammonium calcique est une source économique très importante pour l'industrie nationale.

II.3.1. Propriétés physico-chimiques du nitrate d'ammonium calcique

- Substances actives : nitrate d'ammonium, carbonate de calcium, carbonate de magnésium.
- Etat (solide, liquide, gazeux) : solide.
- Odeur : inodore.
- pH : 6,5-7,5.
- Combustion : engrais pouvant entretenir la combustion.
- Température d'auto-inflammation: à partir d'une température $> 210^{\circ}\text{C}$, on assiste au début de la décomposition du produit.
- Limites d'explosivité dans l'air: non explosif selon l'essai A14 CEE (67/548/EEC); le nitrate d'ammonium calcique est très fortement résistant à la détonation; cette résistance diminue en fonction de la présence d'agents contaminants et ou d'une haute température.
- Propriétés d'oxydation: cet engrais n'est pas classé parmi les oxydants conformément à la directive 1999/45 CE. Il peut entretenir la combustion.
- Solubilité de l'engrais: le nitrate d'ammonium calcique est soluble dans l'eau. Le carbonate de calcium et de magnésium sont peu solubles dans l'eau. D'une façon générale, le nitrate d'ammonium calcique est un engrais hygroscopique ^[8].

II.3.2. Nitrate d'ammonium calcique 33,5% N

Les caractéristiques du produit fini sont énumérées ci-dessous :

- Teneur en N : $33,5\% \pm 0,3\%$
- Granulométrie : entre 2 et 4 mm : minimum 90%

- entre 1,5 et 2 mm : maximum 5%
- < 1 mm : 0%
- Température : 30°C
- Humidité (Karl Fischer) : maximum 0,3%
- Dureté du grain : minimum 3,5 kg
- Densité à tas : minimum 0,92 kg/dm³
- Absorption d'huile : maximum 4%
- Détonabilité : Non détonant ^[9].

II.3.3. Nitrate d'ammonium calcique CAN 27% N:

Les caractéristiques du produit fini sont citées ci-dessous :

- Teneur en N : 27% ± 0,3%
- Granulométrie :
 - entre 2 et 4 mm : minimum 90%
 - entre 1,5 et 2 mm : maximum 5%
 - < 1 mm : 0%
- Température : 30°C
- Humidité (Karl Fischer) : maximum 0,4%
- Dureté du grain : minimum 3,5 kg
- Densité à tas : minimum 0,95 kg/dm³ ^[9].

II.3.4. Toxicologie et éco-toxicologie ^[10]

❖ Santé humaine

Le nitrate d'ammonium est un produit fondamentalement inoffensif quand il est manipulé correctement. Il peut cependant provoquer les effets suivants :

- **Contact avec la peau** : le contact peut causer une certaine irritation
- **Ingestion** : les petites quantités sont peu susceptibles de causer un effet toxique. Les grandes quantités peuvent cependant provoquer des désordres gastro-intestinaux et dans la formation de cas extrêmes (en particulier chez les très jeunes) le syndrome de bébé bleu et la cyanose (indiquée par couleur bleue autour de la bouche) peut se produire.

- **Inhalation** : les concentrations élevées en poussière du matériel aéroporté peuvent causer l'irritation du nez et de la région respiratoire supérieure avec des symptômes tels que la gorge endolorie et la toux.

❖ Environnement

Le nitrate d'ammonium calcique est un engrais azoté. Le débordement lourd peut causer des incidences sur l'environnement très défavorables telles que l'eutrophisation dans les nappes extérieures captives ou la contamination de nitrate.

❖ Feu, échauffement et détonation

L'engrais n'est pas lui-même combustible mais il peut soutenir la combustion, même en absence d'air. Au chauffage il fond et peut se décomposer en libérant les vapeurs toxiques contenant les oxydes et l'ammoniaque d'azote. Il a une résistance élevée à la détonation. Le chauffage sous l'emprisonnement fort peut mener au comportement explosif.

II.4. Les matières premières entrant dans la fabrication du nitrate d'ammonium calcique

II.4.1. Matières premières réactionnelles ^[9]

Les matières premières utilisées pour produire du nitrate d'ammonium calcique 35,5% N et 27% N sont :

L'ammoniac(NH₃) liquide, l'acide nitrique (HNO₃) solution, l'acide sulfurique (H₂SO₄) solution à 98%, dolomite, et l'anti agglomérant.

➤ Acide nitrique (HNO₃) :

Stocké dans 4 bacs, la capacité de stockage de ces derniers est de 400T chacun, la température de l'acide nitrique dans les bacs est de 40°C, et sa concentration est de 57%.

- Formule : HNO₃
- point de fusion : - 41,6°C
- poids moléculaire : 63g/mol
- point d'ébullition : 86°C
- poids spécifique : 1,52 kg/m³

➤ **Ammoniac :**

Stocké dans la sphère, sous une pression de 3,7 à 4 bars, et une température comprise entre

-3 et +3 °C. Il présente les caractéristiques suivantes :

- Formule : NH_3
- point de fusion : $-77, 7^\circ\text{C}$
- poids moléculaire : 17 g/mol
- point d'ébullition : $-33, 5^\circ\text{C}$
- limite d'explosivité dans l'air : 15% - 28% en volume
- Odeur : suffocante

➤ **MAP** (mono ammonium acide phosphorique) : sa formule chimique $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$.

➤ **Acide sulfurique (H_2SO_4)** : sa présence est très importante lors de la neutralisation car il sert à donner au produit fini une couleur blanche et une dureté importante.

II.4.2. Matières inertes ^[9]

➤ **La dolomite** (ou dolomie)

La dolomite servant à l'obtention du calcium est une roche à base de CaO et de MgO, sa formule chimique est $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ elle possède les caractéristiques suivantes :

- Taille des grains : Maximum 50mm
- Humidité : 4% approximativement
- Composition en CaO : 31-32%
- Composition en MgO : 20-21%
- Composition en SiO_2 : 0,5-1,0%
- Perte de calcination : 47-48%

➤ **Agent anti mottant**

C'est un produit organique (sulfonâtes) dissous dans une huile. Il possède les caractéristiques résumées ci-dessous.

- Densité : $0,865\text{Kg/dm}^3$

- Viscosité 27 cP à 85°C
- Point de fusion 80-85°C
- Humidité Max 1%
- Consommation 0,5 % du produit fini

Ce produit est insoluble dans l'eau et soluble dans les solvants organiques.

II.4.3. Liqueur de nitrate d'ammonium

La liqueur de nitrate d'ammonium sera fournie avec les caractéristiques suivantes:

- Concentration
 - min 94% (1)
 - normal 95%
- Sulfate d'ammonium
 - pour NA 33% 2% en poids
 - pour NA 27% 2% en poids
- pH Supérieur à 5
- Chlorures Max 10 ppm
- Nitrites Max 100 ppm
- Température $\geq 130^{\circ}\text{C}$
- Pression $\geq 0,3 \text{ Kg/cm}^3 \cdot \text{g}$
- consommation
 - pour NA 27% 33t/h (100%)
 - pour NA 33,5 40t/h (100%)

II.5. Effluents

II.5.1. Condensat du lavage de gaz (récupéré comme sous-produit)

- Nitrate d'ammonium 20%
- Ammoniac libre 0,4% maximum
- Acide nitrique libre 0%
- Température $< 30^{\circ}\text{C}$

II.5.2. Solides de filtration (récupérés en stockage de dolomite)

- Humidité $< 25\%$
- Température $< 35\%$

II.5.3. Emissions gazeuses

- Substances en suspension < 50mg/Mm³
- Ammoniac libre < 5mg/Mm³
- Température < 50°C

Chapitre III

**Description du procédé de synthèse
du nitrate d'ammonium calcique
CAN 27% en N**

Chapitre III : Description du procédé de synthèse du nitrate d'ammonium calcique CAN 27% en N

III.1. Présentation de l'unité de nitrate d'ammonium calcique (CAN 27%)

L'unité CAN a été construite en 1975 pour entrer en exploitation cinq ans après. A partir de 1990, dès que la situation sécuritaire s'est dégradée la production de l'unité a nettement baissé puis mise carrément à l'arrêt durant plusieurs années.

En 2005 date de signature de l'accord partenariat entre ASMIDAL et le groupe espagnol VILLA MIR, l'unité CAN a été remise en marche sur rails et a ainsi bénéficié d'importantes opérations de réhabilitation. L'unité est spécialisée dans la production d'un nouveau produit non dangereux « nitrate d'ammonium calcique » par abréviation CAN 27% N. Il s'agit d'un engrais polyvalent de couverture azotée et solide dans des différentes cultures selon le stade végétatif. Il est utilisé dans la céréaliculture (2 à 3 quintaux par hectare), dans la viticulture (1,5 à 2 quintaux par hectare) et dans l'arboriculture (2,5 à 3 quintaux par hectare). Cet engrais est conditionné et vendu dans des sacs de 50 Kg, mais faute d'autorisation pour des raisons exclusivement sécuritaires, il demeure toujours inexploité et non commercialisé en Algérie. En effet sa commercialisation est interdite par le décret exécutif N° 03-451 du 1^{er} décembre 2003 définissant les règles de sécurité applicables aux activités portant sur les matières et produits chimiques dangereux et les récipients de gaz sous pression.

Ainsi toute la production du nitrate d'ammonium calcique que produit l'unité CAN est destinée à l'exportation notamment vers la France, la Grande Bretagne, l'Allemagne, les pays Bas, l'Italie, l'Irlande..... Etc ^[2].

III.2. Base de conception

La conception de l'unité de production de nitrate d'ammonium, ligne, équipement et instrumentation a été effectuée pour une capacité normale de 1000 T/j de produit fini, c'est-à-dire 42T/j approximativement de production normal comme nitrate d'ammonium 34, 50% N ou comme nitrate d'ammonium 27% N.

III.3. Identification des frontières du système

L'unité de production du nitrate d'ammonium calcique (CAN) est localisée dans la zone nord du complexe de production des engrais azotés et phosphatés. L'étude s'effectue de l'extraction des matières premières jusqu'à la disposition de nitrate d'ammonium calcique

(CAN 27%), le système débute par l'évaporation de l'ammoniac, ensuite la réaction entre ce dernier et l'acide nitrique (HNO_3) [2].

La réaction de neutralisation se passe dans un neutraliseur, la solution ainsi formée sera concentrée jusqu'à environ 99,8%, puis sera pulvérisée dans la tour de PRILLING à travers des paniers. Le produit obtenu sous forme des PRILLS sera séché puis enrobé avec des huiles ensuite ensaché dans des sacs en polypropylène à double enveloppe des « BIG BAG » de 50Kg, 200Kg ou 500Kg.

III.4. Description du procédé de synthèse du CAN 27 % N [5, 9, 11]

III.4.1 Préparation de matières premières

III.4.1.1. Evaporation de l'ammoniac

L'ammoniac liquide venant de la sphère est envoyé à l'évaporateur d'ammoniac, LH-1507/LH-2507, où la quantité d'ammoniac nécessaire pour alimenter le réacteur LR-1511/LR-2511 est évaporée. L'ammoniac liquide contenant environ 0,5% en poids de H_2O et 1 ppm d'huile maximum, est fourni à une pression de 12 bars effectifs et une température de 0°C , d'abord via un filtre pour retenir certaines huiles, il passe ensuite à l'évaporateur où il sera évaporé à une pression de 6 bars effectifs et une température d'environ 17°C .

Le gaz ammoniac venant de l'évaporateur, passe à travers un surchauffeur où il est légèrement surchauffé de 17°C à environ 30°C , par échange de chaleur avec la vapeur basse pression (VB).

III.4.1.2. Broyage de la dolomite

La dolomite servant à l'obtention du calcium est une roche à base de CaO et MgO . A l'état brut (stockage), le diamètre de la dolomite est compris entre 1 et 50 mm.

Pour être utilisée, elle est acheminée par un élévateur à godet (Figure III-1) vers un broyeur où elle sera broyée jusqu'à ce que son diamètre soit inférieur à 15 mm.

Après son broyage elle est introduite dans le premier silo, et ensuite dans un deuxième broyeur où elle sera broyée une deuxième fois, séchée puis entraînée par un courant d'air chaud à 90°C .

La matière adéquate de diamètre inférieur à 15 mm tombe dans un deuxième silo, tandis que l'air est expulsé dans l'atmosphère au moyen d'un ventilateur, après son épuration dans un filtre.

Un dosimètre avec un ventilateur seront installés pour doser et véhiculer la dolomite nécessaire vers un séparateur en haut de la tour, où elle sera séparée de l'air et réinjectée dans un bac de mélange.

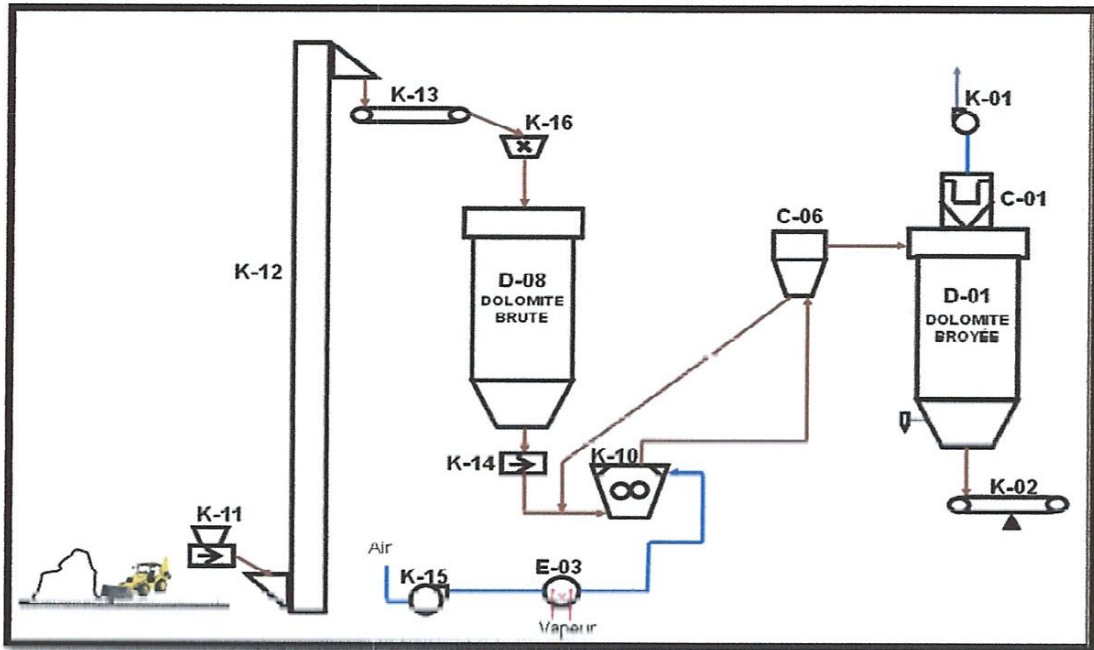


Figure III- 1: Broyage de la dolomite

III.4.2. Neutralisation

L'acide nitrique à 57% en poids est mélangé à l'acide sulfurique dont le rôle est d'augmenter la stabilité des grains de nitrate d'ammonium calcique. Ce mélange est neutralisé par une quantité appropriée d'ammoniac dans le neutraliseur LR-1511/LR-2511 suivant la réaction:



➤ Conditions opératoires du procédé:

- ✓ Pression: environ 3- 4 bars
- ✓ Température : environ 180°C
- ✓ pH: 4,7 à 5,2

L'ammonitrate se produit en dégageant une quantité importante de chaleur. La réaction de l'ammoniac et de l'acide nitrique s'effectue dans le tube de mélange, provoquant la circulation de la solution de nitrate d'ammonium.

La chaleur libérée par la réaction dans le diffuseur est suffisante pour accroître la concentration de la solution de nitrate d'ammonium formé à environ 77%, par évaporation d'une partie considérable de l'eau contenue dans la solution d'acide nitrique.

Une addition de l'acide sulfurique suivant la réaction ci-dessous:



La neutralisation s'effectue dans un neutraliseur (Figure III-2) constitué par:

- ✓ un tube en U
- ✓ Deux diffuseurs, un qui permet la diffusion d'ammoniac dans le tube et un autre pour diffuser l'acide nitrique
- ✓ Une vanne installée sur le tube de retour avec pour rôle le contrôle de la vitesse de circulation.

Après la réaction, une partie de la solution de nitrate d'ammonium atteint le sommet du tube de mélange et s'écoule dans le séparateur où la vapeur surchauffée et la solution du nitrate d'ammonium sont séparées alors que l'autre partie de la solution continue à circuler dans le réacteur. Cependant, la vapeur produite lors de la réaction sera utilisée pour accroître la concentration du nitrate d'ammonium 77% par échange de chaleur dans un évaporateur vertical. La solution du nitrate d'ammonium à 77% s'écoule du séparateur vers un bac intermédiaire LV-1512/LV-2512 (15m³) par gravité.

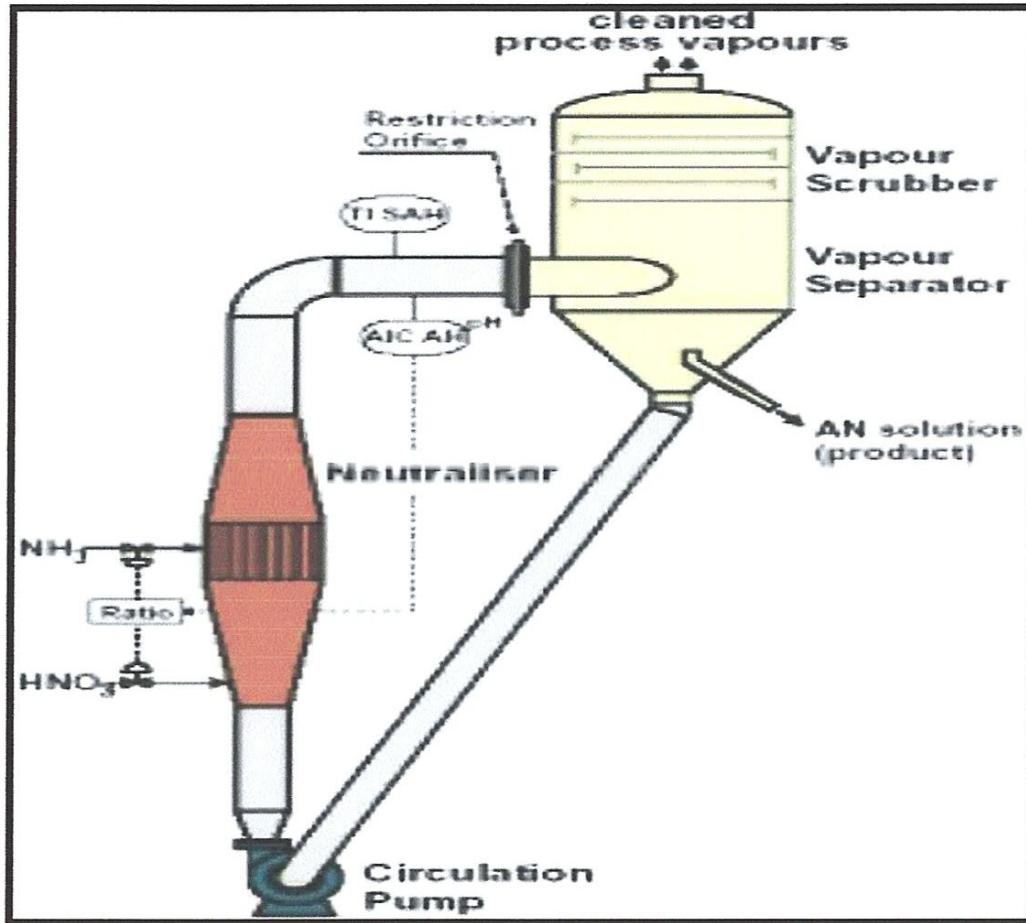


Figure III- 2: Neutralisation de l'ammoniac par l'acide nitrique

III.4.3. Première concentration

La solution de nitrate quittant le bac intermédiaire LV-1512/LV-2512 à une concentration de 77% est envoyée à l'évaporateur premier étage LH-1513/LH-2513 par une différence de pression (la pression élevée régnant dans le bac, oblige la solution du nitrate à s'écouler de ce bac vers un évaporateur). La pression de service dans le bac est de 3 bars effectifs.

Dans l'évaporateur, la solution est concentrée à environ 95% à 130°C et 300mbars absolue au moyen de la vapeur produite au neutraliseur (vapeur procédé).

Le mélange liquide-vapeur résultant de l'évaporation est séparé en une phase liquide et une phase gazeuse dans le séparateur. Après saturation de la vapeur surchauffée par les condensats pollués, cette dernière est envoyée vers un pot de garde hydraulique.

La pression normale de service dans la première évaporation est d'environ 300mbars absolue ; cette pression est obtenue au moyen d'un équipement de mise sous vide comprenant un condenseur et une pompe à vide. Les gaz incondensables du condenseur sont aspirés par la pompe à vide.

La solution du nitrate d'ammonium s'écoule du séparateur jusqu'au bac LV-1516/LV-2516 à une concentration minimale de 94% mais dont la meilleure serait de 95% normale (15 m³) en passant par un pot de garde barométrique (trop plein).

III.4.4. Deuxième concentration

Du bac 95%, la solution de nitrate d'ammonium est envoyée vers l'évaporateur deuxième étage (Figure III-3). Ce dernier est un échangeur vertical de type calandre dans lequel la solution de nitrate circule du côté tube et la vapeur circule côté calandre. La vapeur est de 14 bars et à 200°C approximativement (vapeur moyenne pression). La solution de nitrate d'ammonium 95% descend à travers les tubes et en contrecourant avec l'air chaud qui monte vers la zone supérieure de l'échangeur à travers les mêmes tubes. L'air chaud voisinant les 190°C réduit la pression partielle de la vapeur dans les tubes en obtenant un vide artificiel facilitant l'évaporation de l'eau contenue dans la solution du nitrate en augmentant sa concentration.

Par circulation en sens inverse, l'air chaud à une grande vitesse pousse la solution de nitrate vers les parois des tubes qui eux-mêmes chauffés par la vapeur moyenne pression vont permettre l'évaporation de l'eau contenue dans la solution et ainsi la concentrer. La solution de nitrate concentrée quitte l'évaporateur E-02 et descend vers la boîte de séchage (finisseur) installée dans la partie inférieure de l'échangeur. Dans la boîte, la solution du nitrate d'ammonium concentrée reçoit l'air chaud et sec, qui aide à atteindre une concentration d'environ 99,8% et descend par débordement vers le réservoir homogénéisateur.

L'air venant du ventilateur préalablement filtré dans un filtre est chauffé jusqu'à une température de 190°C dans le réchauffeur en utilisant la vapeur à 14 bars et en contrôlant la température. L'air chaud est envoyé vers la boîte de séchage (finisseur) située au fond de l'évaporateur et pénètre à travers les tubes en contrecourant avec la solution de nitrate d'ammonium.

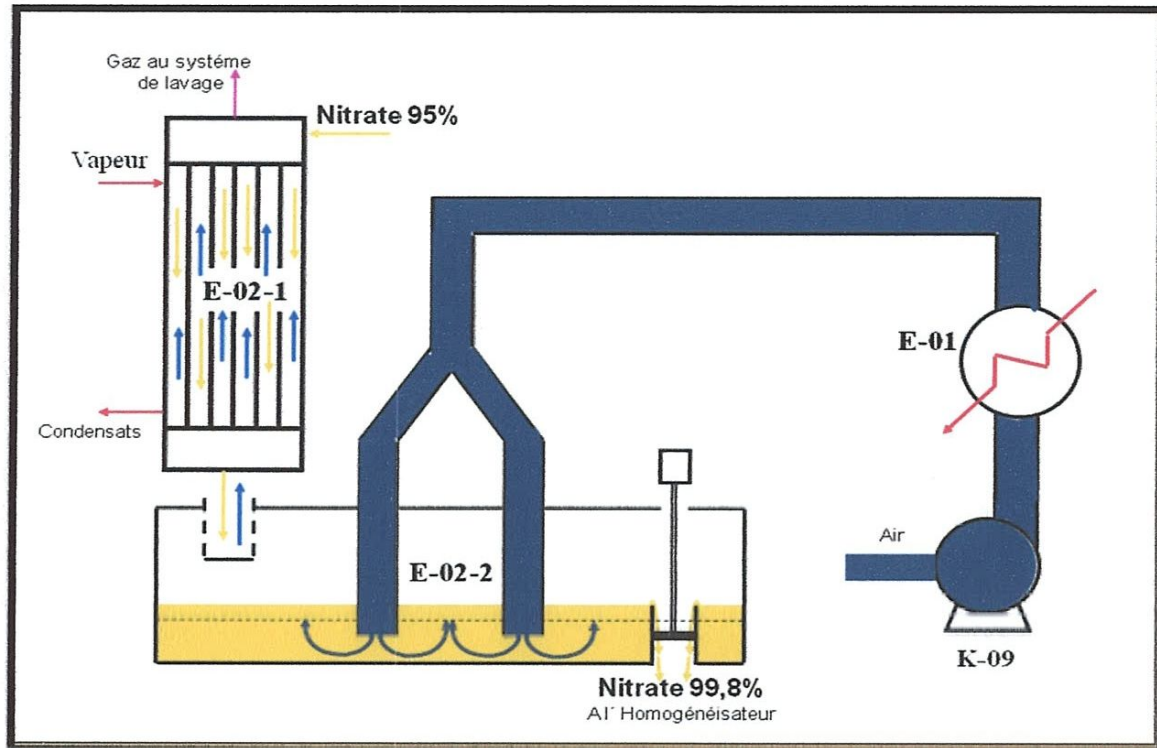


Figure III- 3: Deuxième concentration

III.4.5. Homogénéisation

La solution du nitrate d'ammonium concentrée à 99,8% est vidée par gravité dans le bac homogénéisateur LV-1575 (Figure III-4), et mélangée avec la charge inerte (dolomite), Le MAP (mono ammonium acide phosphorique), et les rejets de tamis (les fines et les grosses prilles). Le bac est équipé d'un agitateur LA-1576 qui permet la fusion complète des rejets et la dispersion homogène de la charge inerte.

III.4.5.1. Ajustement de l'azoté

- Solution de nitrate d'ammonium à 34,5 % → 0 kg de dolomite/ Tonne de solution
- Solution de nitrate d'ammonium à 33,5 % → 40 kg de dolomite/ Tonne de solution
- Solution de nitrate d'ammonium à 27 % → 230 kg de dolomite/ Tonne de solution

Le nitrate d'ammonium calcique est élaboré en mélangeant la dolomite broyée avec la solution de nitrate d'ammonium. Le nitrate d'ammonium pur a une teneur en azote de 35 % en poids. En ajoutant la dolomite on réduit la teneur en azote à la valeur souhaitée. Tant l'humidité résiduelle comme l'additif anti-mottant sont considérés inertes.

La teneur en azote est calculée de la manière suivante:

$$N = \frac{(0,35 \times AN) + (0,21 \times SA)}{(AN + SA + L + H + C + G)} \quad \text{(III-3)}$$

Avec

- N = teneur en azote
- AN = t/h de nitrate d'ammoniaque 100%
- SA = t/h de sulfate d'ammoniaque
- L = t/h de dolomite en base sèche
- H = t/h d'humidité résiduelle dans le produit
- C = t/h d'additif anti-mottant
- G = t/h d'autres additifs non azotés

L'additif le plus important pour corriger la teneur en azote du nitrate d'ammonium est la dolomite, les autres composants sont en plus petites quantités.

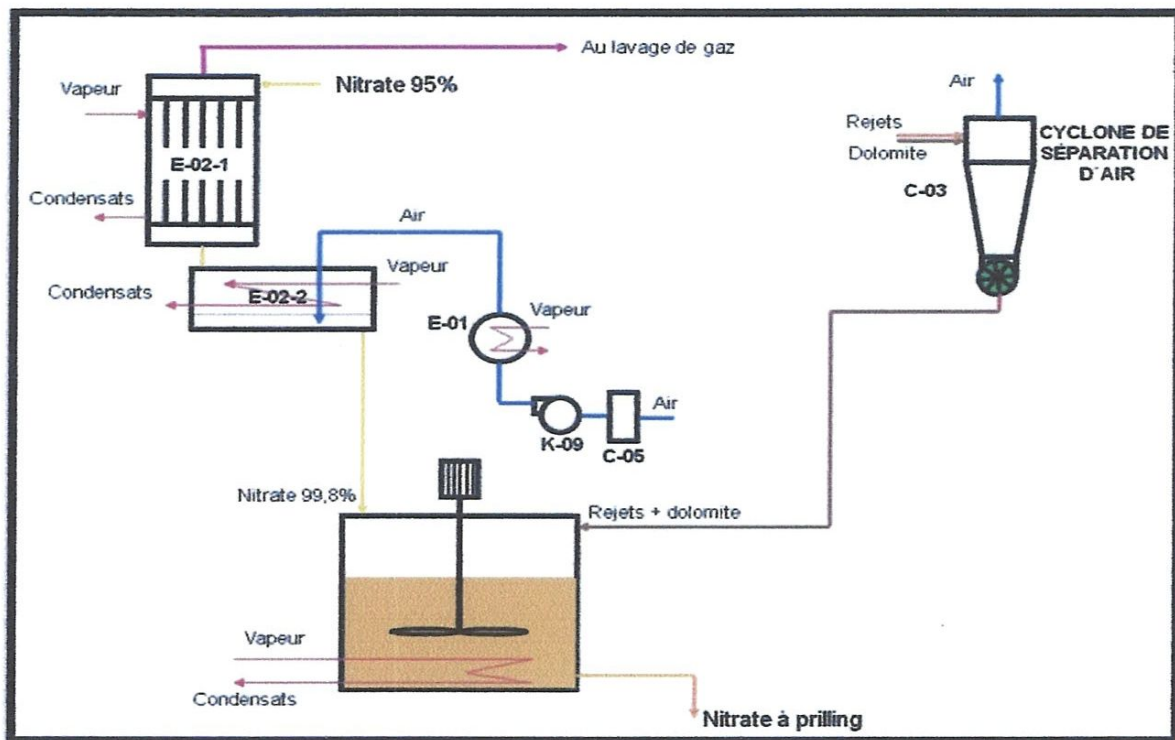


Figure III- 4: Homogénéisation

III.4.6. Prilling et refroidissement des prills

III.4.6.1. Prilling (Granulation)

Depuis l'homogénéisation, la solution de nitrate d'ammonium calcique(CAN) passe à travers quatre buses qui à leur tour distribuent le nitrate d'ammonium en fines gouttelettes à l'intérieur de la tour de prilling (Figure III-5).

Durant leur chute dans la tour, les gouttelettes se solidifient, la chaleur de solidification étant évacuée par un courant d'air ascensionnel. Pour cela quatre ventilateurs aspirant l'air sont installés au sommet de la tour. L'air entre par plusieurs ouvertures situées dans la partie inférieure de la tour.

L'air refroidit les prills de 175°C à environ 110°C , et à partir du plancher inférieur de la tour, un racleur rotatif évacue les prills vers un convoyeur à bandes à travers une ouverture dans le plancher inférieur. Puis les prills chaudes passent à travers un scalp et ensuite un autre convoyeur à bande les élève jusqu'au refroidisseur de prills. Le scalp est installé pour éliminer les blocs provenant de la tour.

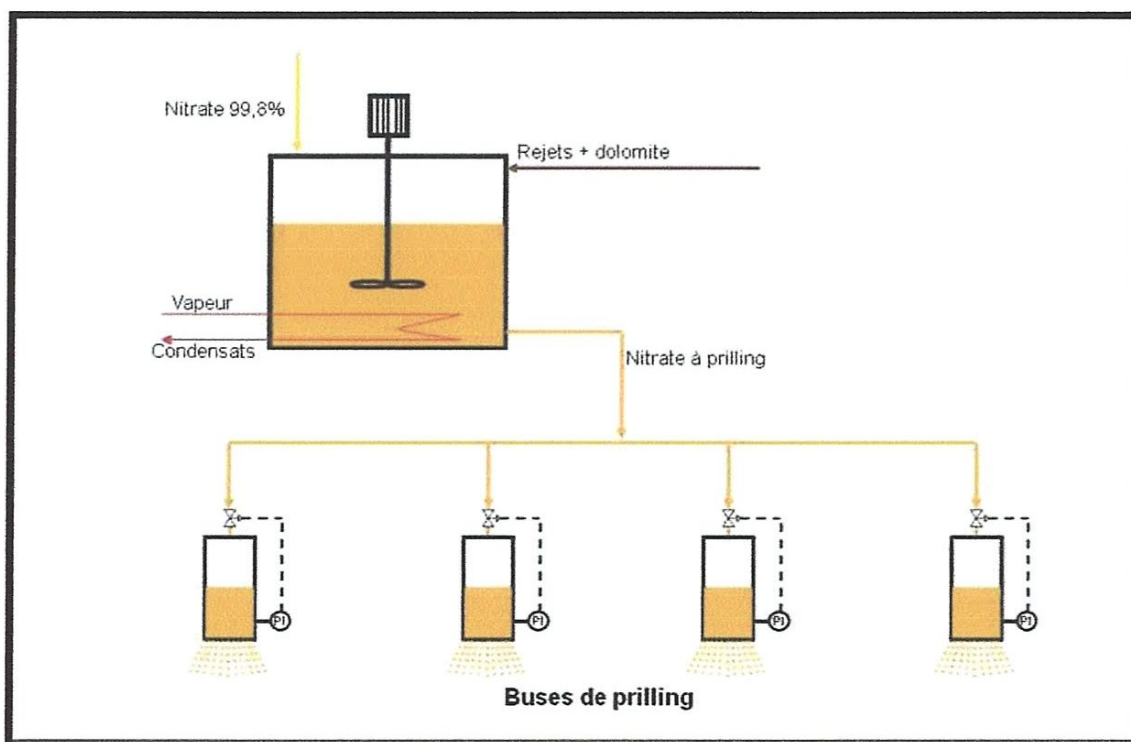


Figure III- 5: Prilling (granulation)

III.4.6.2. Refroidissement des prills

Les prills venant de la tour de granulation (Figure III-6) ayant une température avoisinant les 110°C, sont refroidies dans un refroidisseur LE-1581 (fluidiseur) de type à lit fluidisé à environ 30°C. Cet équipement consiste en deux tables où l'air est introduit par la partie inférieure de chacune d'entre elles et le produit circule de manière fluide d'une table à une autre. Dans la première table, le produit entre chaud et se refroidit jusqu'à 50°C environ. Finalement l'air sera extrait de cette table à environ 80°C.

La poussière qui s'adhère aux grains de prilling se détache et elle est poussée par l'air. Finalement l'air provenant de la première table s'unira comme apport d'air chaud à la tour de granulation. Dans la seconde table aura lieu la suite du refroidissement des prills jusqu'à 30°C, en utilisant pour cela l'air conditionné.

L'air conditionné est aspiré par un ventilateur jusqu'à la seconde table du lit fluidisé, où il est chauffé par les prills jusqu'à 35°C et éjecté par un autre ventilateur vers la première table.

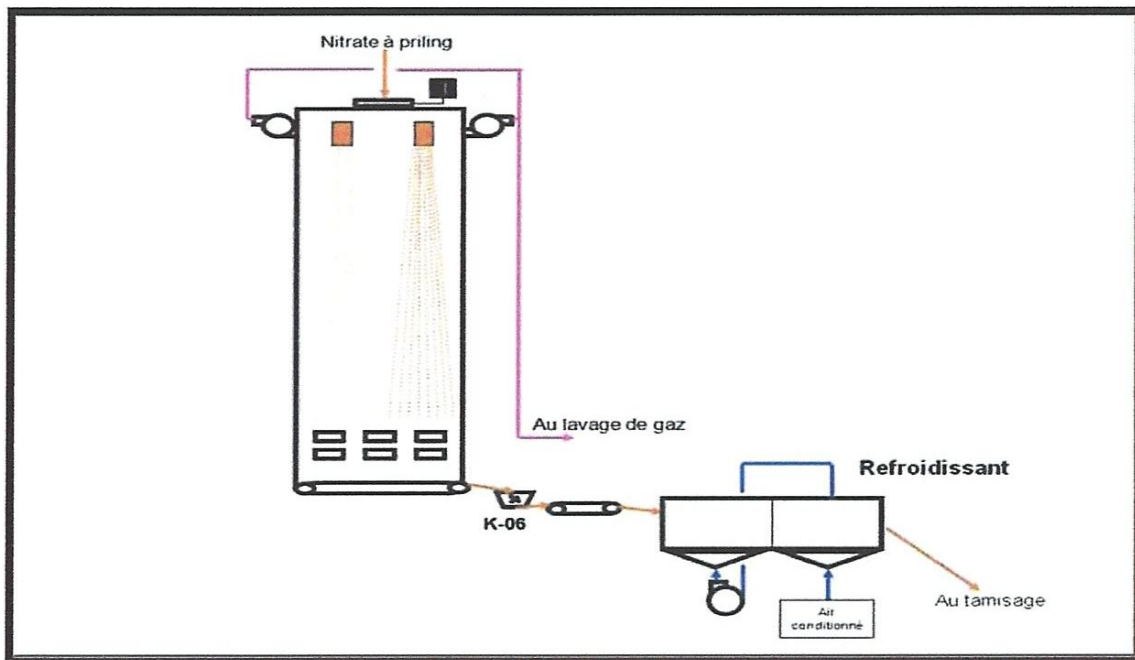


Figure III- 6: Prilling et refroidissement des prills

III.4.7. Criblage

Le produit refroidit provenant du refroidisseur est transporté par un élévateur jusqu'au système de criblage K-08 (Figure III-7). Le produit froid est alimenté initialement dans le tamis des gros, où sont séparés les plus gros (supérieur à 4 mm).

Les grains de taille inférieure en dimension, limités à 2 mm, seront séparés dans le tamis inférieur et seront unis aux gros broyé pour leur recyclage. Les gros grains séparés dans les mailles supérieures du crible tombent directement dans le moulin des gros. Dans le broyeur des gros, les grains sont triturés jusqu'à leur réduction à la dimension des grains fins, avec lesquels ils s'unissent pour retourner à l'homogénéisateur par transport pneumatique.

Les grains de la taille sélectionnée (compris entre 2 et 4 mm) passent à travers l'enrobeur.

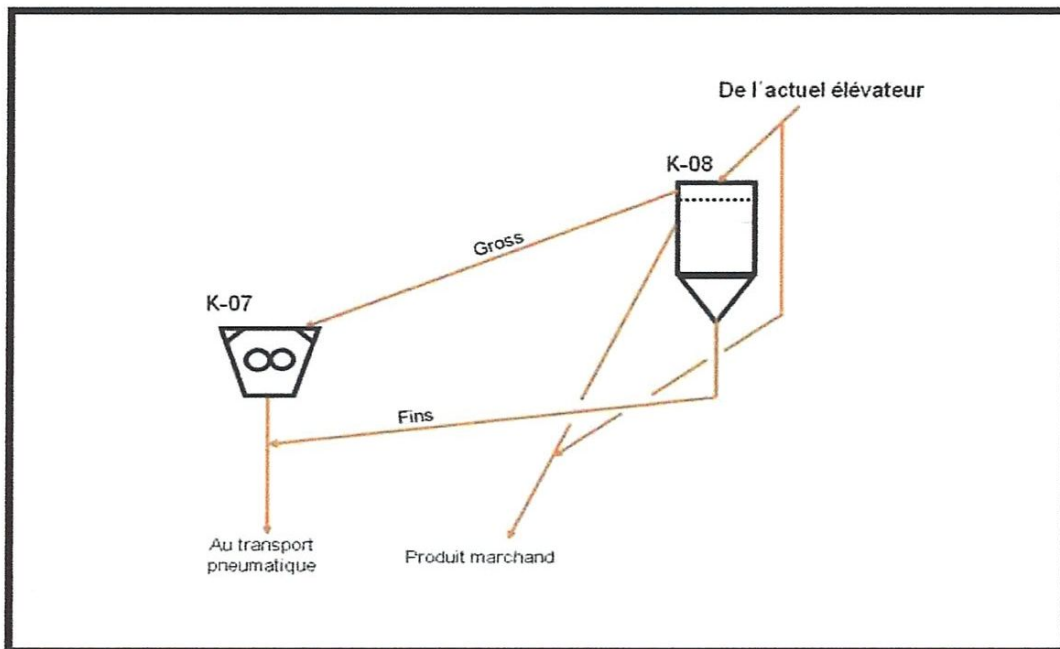


Figure III- 7: Criblage

III.4.8. Enrobage des prills

L'additif anti mottant (anti agglomérant) sera dosé grâce à des pompes, avec un taux de 0,5% en poids du produit final. Le produit fini arrive au tambour enrobeur C-06 en rotation, et l'additif est versé dessus grâce à un système de douche. On obtient un film

homogène à la surface du grain qui le protège contre les agents externes tels que l'humidité et empêche l'entrée des grains distincts qui provoquent des problèmes de prise en masse.

Le produit fini enrobé sort du tambour enrobeur directement à travers des bandes transporteuses en passant par un système de passage vers le hall de stockage.

III.4.9. Stockage et ensachage

De l'unité de production, le nitrate d'ammonium calcique arrive à la section d'ensachage à travers des bandes transporteuses, ensuite passe à travers un filtre à manche pour éliminer les particules de poussières. Le produit fini serait alors prêt à être stocké dans des sacs « BIG BAG » de 50kg, 500kg et 1200kg

III.5. Lavage de l'air de refroidissement

L'air provenant de l'évaporateur de la deuxième concentration sera ajouté à celui de la tour de granulation pour être traité dans le système de lavage C-04. Dans ce laveur on ajoutera l'eau en circulation dans chaque venturi, qui sera séparée de l'air postérieurement dans une colonne, en lui ajoutant une solution dérivant de laveur C-09.

L'eau en circulation du laveur principal est pompée et refroidie avec l'eau de mer et postérieurement, une partie sera extraite et sera filtrée afin d'éliminer les solides retenus dans le lavé. Une grande partie du clarifié de la filtration sera envoyée à nouveau au système de lavage, l'autre partie sera récupérée pour son utilisation dans la production des liquides ou bien dans l'unité de liqueur, et les solides séparés regagnent le dépôt de dolomite par la bande transporteuse.

L'air froid, saturé et exempt des solides est aspiré après le lavage par une soufflante et rendu en majeure partie dans la tour de granulation. On ajoute à cet air du tambour refroidissant et l'air de l'extérieur pour l'utiliser de nouveau dans la granulation.

L'air séparé de la première tour de lavage sera traité postérieurement dans une seconde colonne, où l'ammoniac et le nitrate d'ammonium entraînés par l'air jusqu'à 25 ppm seront éliminés. Dans ce laveur seront ajoutés les condensés du procédé de nitrate d'ammonium et il sera purgé par une solution qui sera envoyée au premier système de lavage^[9].

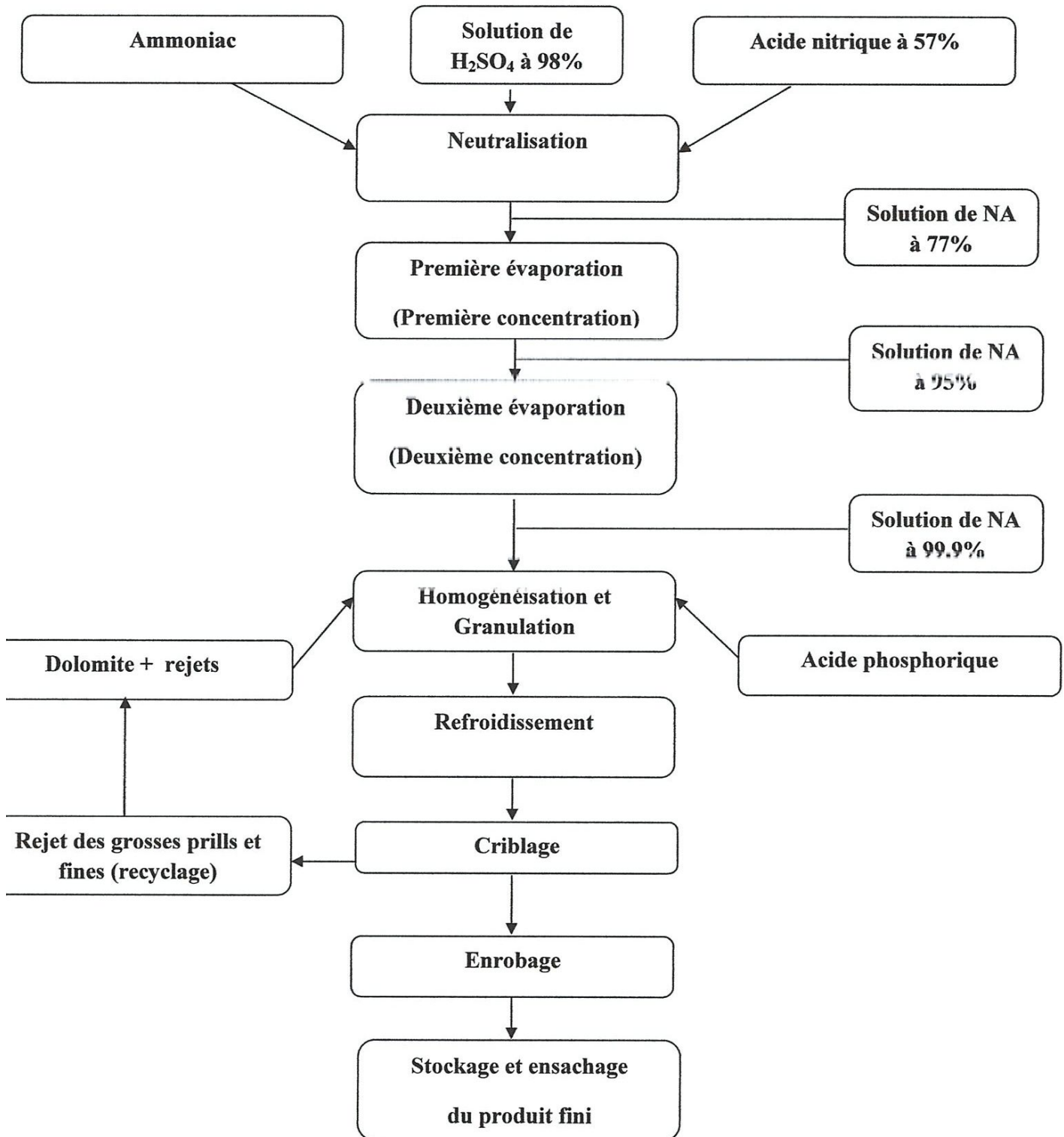


Figure III- 8: Organigramme du procédé de synthèse du nitrate d'ammonium calcique

Chapitre IV

**Contrôle de qualité du nitrate
d'ammonium calcique CAN 27% N**

Chapitre IV : Contrôle de qualité du nitrate d'ammonium calcique CAN 27% N ^[12,13]

Introduction

Le contrôle de qualité du produit fini de nitrate d'ammonium calcique consiste au contrôle d'un certain nombre de paramètres physico-chimiques. En effet le produit fini est en général reçu chaque deux heures au laboratoire de structure qualité et environnement de FERTIAL où il sera soumis à différentes analyses et où sa qualité à répondre aux normes de fabrication sera suivie de prêt.

IV.1. Définition des objectifs

L'objectif de la réalisation d'une série d'analyses sur le nitrate d'ammonium calcique (CAN 27%) est de suivre la qualité de ce dernier, en appliquant la procédure suivante :

- La détermination des paramètres essentiels agissant sur les caractéristiques physico-chimiques du produit fini.
- Le calcul des quantités des matières premières.
- Comparer les résultats obtenus à ceux des normes fixés par les procédés de fabrication.

IV.2. Analyses effectuées

Les analyses de contrôle de qualité effectuées sur le nitrate d'ammonium calciné au laboratoire central de FERTIAL sont les suivantes :

- Détermination de L'humidité,
- Mesure de pH ;
- Détermination de la densité apparente,
- Détermination de la dureté des grains,
- Détermination de la granulométrie,
- Dosage de l'enrobant,
- Dosage de l'azote total,
- Dosage de l'azote ammoniacal,
- Déduction de l'azote nitrique,
- Détermination de la teneur en nitrate de calcium,
- La détermination de la dureté totale et de la dureté calcique.

Ces analyses ont été effectuées pendant une période de cinq jours. En effet ces cinq jours correspondent à la production hebdomadaire du mois d'avril qui s'est étendu du 12 au 16 avril 2015, avec analyse de tous les paramètres indiqués ci-haut bien évidemment selon le nombre d'échantillons reçu par le laboratoire de structure contrôle de qualité par jour.

IV.2.1. Humidité

❖ Matériels

- Broyeur (voir annexe 1, photo 1)
- Analyseur d'humidité à infrarouge (voir annexe 1, photo 2)

❖ Mode opératoire

- Faire la mise en marche de l'analyseur,
- régler la température et le temps de façon que ça soit adaptable avec l'échantillon à analyser.
- Peser une masse d'échantillon environ $10 \text{ g} \pm 1$ (CAN) sur la coupelle en aluminium.
- Fermer le couvercle de l'analyseur, après quelques minutes le taux d'humidité sera affiché sur l'écran de l'appareil.

Tableau IV- 1 : conditions opératoires de l'analyse

Echantillon	Température (°C)	Durée (min)
CAN	80	10

❖ Expression des résultats

- La valeur est affichée sur l'écran de l'équipement.

IV.2.2. Mesure de pH

❖ Matériels

- Balance analytique (voir annexe 1, photo 3)
- Agitateur magnétique.
- Verrerie de laboratoire.
- pH-mètre (voir annexe 1, photo 4).

❖ Mode opératoire

- Peser 10 ± 0.1 g de l'échantillon d'engrais CAN moulu dans un bêcher de 250 ml. Ajouter 100 ml d'eau distillée et agiter dans un agitateur magnétique pendant 10 min.
- Laisser décanter les fractions insolubles, introduire l'électrode de mesure dans la solution à analyser et lire la valeur affichée sur l'écran de pH-mètre après quelques minutes (lecture constante).

❖ Expression des résultats

- La valeur est affichée sur l'écran du pH-mètre.

IV.2.3. Détermination de la densité apparente:**❖ Matériels**

- Balance analytique.
- Eprouvette.

❖ Mode opératoire

- Peser une éprouvette en plastique vide de 1000ml sèche et propre. soit un poids P_1 .
- Ajouter l'échantillon (CAN) en secouant l'éprouvette jusqu'à ce que les fines particules s'insèrent dans les espaces vides.
- Peser une deuxième fois, soit un poids P_2 , et lire le niveau de l'échantillon qui se trouve dans l'éprouvette (V).

❖ Expression des résultats

La densité apparente se déduit grâce à la formule suivante :

$$\text{Densité (g/l)} = \frac{P_2 - P_1}{V} \quad (\text{IV-1})$$

- P_1 : le poids de l'éprouvette vide.
- P_2 : le poids de l'éprouvette pleine.
- V : volume de l'éprouvette.

IV.2.4. Détermination de la dureté**❖ Matériels**

- Tamis

- Dynamomètre (voir annexe 1, photo5)

❖ **Mode opératoire**

- 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 du grain, il commence à se crevasser. Il faut prendre cette force comme force de rupture.

❖ **Expression des résultats :**

$$\text{Dureté (kg)} = \frac{\sum F_i}{N} \quad (\text{IV-2})$$

- F_i : force à la rupture de chaque grain
- N : nombre des grains.

IV.2.5. Détermination de la granulométrie

❖ **Matériels**

- Tamiseuse (voir annexe 1, photo 6)
- Tamis

❖ **Mode opératoire**

- Sélectionner une série de tamis de 200 mm de diamètre, en acier inoxydable avec ouverture de maille dans le rang suivant : 5 mm, 4 mm, 3.15 mm, 2 mm, 1 mm et les placer en ordre décroissant sur une tamiseuse.
- Prendre une totalité, ou une portion de 100 g de l'échantillon représentatif et la placer sur le tamis de 5 mm et fixer les tamis sur la tamiseuse et faire sa mise en marche pendant environ 10 minutes.
- Peser, avec une approximation de 0.1 g, la quantité retenue en chaque tamis, en la recueillant dans un récipient avec une brosse et de même pour ce qui est retenu sur le fond.

❖ **Expression des résultats**

$$F_i \% = \frac{P_i}{P_t} \times 100 \quad (\text{IV-3})$$

- 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.

IV.2.6. Dosage de l'enrobant❖ **Matériels**

- Balance analytique
- Verrerie de laboratoire
- Dessiccateur (voir annexe 1, photo 7)
- Plaque chauffante

❖ **Réactifs**

- Chloroforme (CH₃Cl₃)

❖ **Mode opératoire**

- Dans un vase à saturation de 500 ml, peser exactement 20 g d'échantillon,
- Ajouter environ 60 ml de chloroforme, et avec une baguette en verre agiter la solution en chauffant sur une plaque chauffante pendant une minute.
- Filtrer sur papier filtre N°4 et le filtrat sera récupéré dans un creuset en porcelaine de capacité 100 ml, déjà pesé soit P₁.
- Lorsque la filtration est terminée, porter le creuset sur la plaque chauffante à une température de 50 à 75°C.
- Faire l'évaporation complète de chloroforme. Une fois le chloroforme complètement évaporé, placer le creuset dans un dessiccateur pendant 10 min, refroidir et peser soit P₂.

❖ **Expression des résultats**

$$\% \text{ Enrobant} = \frac{P_2 - P_1}{P_e} \times 100 \quad (\text{IV-4})$$

P₁ : poids du creuset en porcelaine vide

P₂ : poids du creuset en porcelaine avec l'enrobant

P_e : prise d'essai en g.

IV.2.7. Dosage de l'azote total (N_T)❖ **Matériels**

- Balance analytique
- Verrerie de laboratoire

IV.2.8. Dosage de l'azote ammoniacal (N_{AMM})**❖ Mode opératoire**

C'est le même mode opératoire que celui l'azote total. La seule différence réside dans le non ajout de l'alliage DEVARDA (50% Al, 45 % Cu, 5 % Zn) à la prise d'essai de l'échantillon filtré.

❖ Expression des résultats

Même équation que l'expression (IV-5)

- Eg_N : équivalent gramme de l'azote '14'.
- Pe : prise d'essai en gramme.

IV.2.9. Déduction de l'azote nitrique

Le pourcentage de l'azote nitrique est la différence entre l'azote total et l'azote ammoniacal

$$\% N_{NIT} = \% N_T - \% N_{AMM} \quad (IV-6)$$

IV.2.10. Détermination de la teneur de nitrate de calcium ($Ca(NO_3)_2$)**❖ Matériels**

- Balance analytique
- Verrerie de laboratoire

❖ Réactifs

- L'indicateur Patton et Redder
- Solution de NaOH (2N)
- Solution d'EDTA (0,02N)
- Solution de méthanol
- Solution de KOH
- Solution de HCl

❖ Mode opératoire

Il est basé sur l'extraction avec le méthanol

- 5grs avec 100ml de méthanol
- Faites l'agitation une heure
- Filtrer et prendre 10ml de l'échantillon puis ajouter 5ml de NaOH (2N)

- Ajouter l'indicateur Patton et Redder
- Enfin titrer avec l'EDTA (0,02N) jusqu'au virage bleu (c'est-à-dire du violet au bleu).

❖ **Expression des résultats**

$$\% \text{ Ca (NO}_3)_2 = \frac{V \times N(\text{EDTA}) \times \text{eqg} \times 100 \times 100}{1000 \times p_e \times 50 \text{ml}}$$

(IV-7)

Eqg Ca (CO₃): equivalent gramme de Ca (CO₃)

Eqg = 82,45 meqg = 0,08245

Pe : prise d'essai.

IV.2.11. Détermination de la dureté totale et de la dureté calcique

❖ **Matériels**

- Balance analytique.
- Vase de saturation.
- Plaque chauffante.
- pH mètre.

❖ **Mode opératoire**

Dans un vase de saturation de 500 ml mettre

- 5 g d'échantillon à analyser (CAN).
- 50 ml d'acide chlorhydrique concentré.
- 75 ml d'eau distillée.
- Bouillir pendant 30 min sur une plaque chauffante.
- Refroidir à une température ambiante.
- Transvaser le contenu dans une fiole de 1000 ml.
- Jauger avec de l'eau distillée et agiter.
- Filtrer sur un papier filtre N°4.

Dureté totale (CaO, MgO)

- Prendre 10 ml de filtrat, diluer avec de l'eau distillée jusqu'un volume de 100 ml.
- Faire la neutralisation avec la solution de NaOH 5N en utilisant un pH mètre.

- Ajouter à la solution 5 ml de mélange tampon K-10 (pH=10).
- Ajouter 3 gouttes de l'indicateur NOIRE ERYTHROSE T.
- Titrer avec l'EDTA jusqu'à changement de couleur (orange vers le bleu).

Dureté calcique (CaO)

- Prendre 10 ml de filtrat, diluer avec de l'eau distillée jusqu'au volume de 100 ml.
- Faire la neutralisation avec la solution de NaOH 5 N en utilisant un pH mètre (pH=12).
- Ajouter quelques gouttes de l'indicateur Paton Reader.
- Neutraliser avec l'EDTA jusqu'à changement de couleur (violet vers bleu).

❖ Expressions des résultats

$$\% \text{CaO, MgO} = \frac{(V.N)_{\text{EDTA}} \times E_{\text{g CaO, MgO}} \times 1000}{1000 \times P_e \times 10} \times 100 \quad (\text{IV-8})$$

$$\% \text{CaO} = \frac{(V.N)_{\text{EDTA}} \times E_{\text{g CaO}} \times 1000}{1000 \times P_e \times 10} \times 100 \quad (\text{IV-9})$$

Conclusion

Au terme des différentes analyses, et calculs faits, les résultats sont ré-envoyés à l'unité fonctionnelle de production du nitrate d'ammonium où cette dernière est censée changer certains paramètres de production par rapport aux résultats d'analyses obtenus selon que certains paramètres sont supérieurs ou inférieurs aux normes de fabrication.



Chapitre V

Résultats et discussions

Chapitre V : Résultats et discussions

Introduction

Après analyses de nos différents échantillons, nous tenterons dans le présent chapitre de rassembler nos résultats dans des tableaux afin de les soumettre à d'éventuelles interprétations et discussions. S'il s'avère que certains des paramètres ne correspondent pas aux normes de la qualité de production, les résultats d'analyse sont directement transmis à l'unité fonctionnelle qui est veillée de changer ces dits paramètres pour améliorer la qualité du produit fini.

V.1 Résultats des analyses

V.1.1 Résultats des différents paramètres pour la première journée

(1^{er} échantillon)

❖ **Le calcul du taux d'azoté total** fait recours à l'équation (IV-5)

$$\%N_T = \frac{[(V \times N)H_2SO_4 - (V \times N)NaOH] \times EgN}{1000 \times Pe \times 10} \times 100$$

- $N_{H_2SO_4} = 0,5 \text{ N}$
- $V_{H_2SO_4} = 25 \text{ ml}$
- $N_{NaOH} = 0,5 \text{ N}$
- $V_{NaOH} = 14,63 \text{ ml}$ (volume chuté)
- $Pe = 15 \text{ g}$
- $EgN = 14 \text{ g/mol}$

$$\text{AN: } N_T = \frac{[(25 - 14,63) \times 0,5] \times 14 \times 500}{1000 \times 15 \times 10} \times 100 = 24,19 \%$$

❖ **Calcul du taux d'azote ammoniacal**

$$\%N_{\text{Amm}} = \frac{[(V \times N)H_2SO_4 - (V \times N)NaOH] \times EgN}{1000 \times Pe \times 10} \times 100$$

- $N_{H_2SO_4} = 0,5 \text{ N}$
- $V_{H_2SO_4} = 25 \text{ ml}$
- $N_{NaOH} = 0,5 \text{ N}$
- $V_{NaOH} = 11,49 \text{ ml}$ (volume chuté)

- $P_e = 15$ g
- $E_{gN} = 14$ g/mol

$$AN: N_{Amm} = \frac{[(25-19,6) \times 0,5 \times 14 \times 500]}{1000 \times 15 \times 25} \times 100 = 12,60 \%$$

❖ **Calcul de taux d'azote nitrique:**

$$\%N_T = \%N_{Nit} + \%N_{Amm} \quad \Longrightarrow \quad \%N_{Nit} = \%N_T - \%N_{Amm}$$

$$AN: N_{Nit} = 24,19 - 12,60 = 11,60 \%$$

❖ **Calcul de la teneur en nitrate de calcium:**

$$\% Ca (NO_3)_2 = \frac{V \times N(EDTA) \times eqg \times 100}{1000 \times p_e \times 10} \times 100$$

- $N_{EDTA} = 0,0202$ N
- $V_{EDTA} = 1,5$ ml (volume chuté)
- $Eqg(Ca (NO_3)_2) = 82$ g
- $P_e = 5$
- Volume du filtrat: 10 ml

$$AN: \% Ca (NO_3)_2 = \frac{1,5 \times 0,0202 \times 82 \times 100}{1000 \times 5 \times 10} \times 100 = 0,52 \%$$

❖ **Calcul du taux d'enrobant**

$$\% Enrobant = \frac{P_2 - P_1}{P_e} \times 100$$

- $P_1 = 44,7226$ g
- $P_2 = 44,7626$ g
- $P_e = 20$ g

$$AN: \% Enrobant = \frac{44,7510 - 44,7226}{20} \times 100 = 0,2 \%$$

❖ **Calcul de la dureté totale :**

➤ **Dureté calcique**

$$\% CaO = \frac{(V.N)EDTA \times Eg CaO \times 1000}{1000 \times P_e \times 10} \times 100$$

- $N_{EDTA} = 0,0202$ N
- $V_{EDTA} = 1,6$ ml (volume chuté)
- $Eqg (MgO) = 28$ g/mol
- $P_e = 2$ g

$$\text{AN: \%CaO} = \frac{(2,7 \times 0,0202) \times 28 \times 1000}{1000 \times 2 \times 10} \times 100 = 7,6\%$$

➤ **Dureté magnésique**

$$\% \text{MgO} = \frac{(V.N)_{\text{EDTA}} \times E_{\text{g MgO}} \times 1000}{1000 \times P_e \times 10} \times 100$$

- $N_{\text{EDTA}} = 0.0202 \text{ mol/l}$
- $V_{\text{EDTA}} = (5,02 - 2,7) = 2,33 \text{ ml}$ (volume chuté) avec 5,02 correspondant au volume chuté de l'EDTA pour le titrage de la dureté total.
- $E_{\text{g}}(\text{CaO}, \text{MgO}) = 20 \text{ g/mol}$
- $P_e = 2 \text{ g}$

$$\text{AN: \% MgO} = \frac{(2,33 \times 0,0202) \times 20 \times 1000}{1000 \times 2 \times 10} \times 100 = 4,7\%$$

$$\% \text{CaO}, \text{MgO} = \% \text{MgO} + \% \text{CaO} = 7,6 + 4,7 = 12,3 \%$$

❖ **La granulométrie :**

$$P_t = 100 \text{ g} \quad F_i = \frac{P_i}{100} \times 100$$

Les résultats sont répertoriés dans le tableau ci-dessous :

Tableau V- 1 : Résultats de granulométrie

Tamis	5mm	4mm	3,15mm	2mm	1mm
Pi (g)	0	14	86	0	0
Fi (%)	0	14	86	0	0

❖ **Calcul de la dureté :**

$$\text{Dureté (kg)} = \frac{\sum F_i}{N}$$

Tableau V- 2 : Résultats de dureté

Fi (kg)	4,2	3,9	3,5	3,53	4,5	4,1	2,75	3,8	2,98	4,15
---------	-----	-----	-----	------	-----	-----	------	-----	------	------

$$\text{AN : Dureté (kg)} = \frac{4,2+3,9+3,5+3,53+4,5+4,1+2,75+3,8+2,98+4,15}{10} = 3,74$$

❖ **Détermination du pH**

Lecture directe pH= 5,51 à Température ambiante 20, 8°C

❖ **Détermination de l'humidité**

Par lecture directe, le taux d'humidité est % H₂O= 0, 10 %, la valeur s'affiche sur l'écran de l'appareil à infrarouge.

❖ **Densité**

- P1= 130g

- P2=1100g

$$\text{Densité (kg/cm}^3\text{)} = \frac{1100-130}{1000} = 0,97 \text{ kg/cm}^3$$

- V du tube= 1000ml

Ainsi donc pour la première journée de production, le laboratoire de structure contrôle de qualité a reçu 3 échantillons à des moments différents de la journée. Les résultats obtenus pour tous les échantillons de la journée ainsi que la moyenne journalière sont représentés dans le tableau (V-3)

Tableau V- 3: Granulométrie (première journée)

Tamis (en mm)	12/04/2015			Moyenne journée		Spécif ^[14] .
	13h00	17h00	22h00			
> 5	0	1	1	0,7	0,7	< 1
4 – 5	14	18	13	15,0	99,3	> 94
3,15 – 4	86	81	50	72,3		
2 – 3,15	0	0	36	12,0		
1 – 2	0	0	0	0,0	0,0	< 4
<1	0	0	0	0,0	0,0	< 1

Tableau V- 4: Résultats des analyses (première journée)

Paramètres	12/04/2015			Moyenne journée	Normes ^[14]	Tolérance
	13h00	17h00	22h00			
H₂O %	0,10	0,12	0,10	0,106	< 0,5	
N.Tot %	24,19	24,61	24,2	24,33	27	±0,8
N.Amm %	12,60	13,23	12,41	12,75	13, 5	
N.Nitr %	11,59	11,38	11,79	11,59	13,5	
Densité Kg/dm³	0,97	0,98	0,97	0,97	0,95	
Ca(NO₃)₂ %	0,52	0,43	0,39	0,45	< 0,99	
Enrobant %	0,2	0,12	0,15	0,16		
pH solution à 10%	5,51	5,84	5,80	5,72	6,5-7,5	
Dureté (Kg)	3,74	4,2	4,09	4,01	≥ 3,5	
CaO, MgO %	12,3	12,25	12,18	12,24	12,0	
CaO %	7,6	7, 3	7,6	7,5		

V.1.2. Résultats des différents paramètres pour la deuxième journée

Les résultats obtenus pour tous les échantillons de la deuxième journée sont donnés dans les tableaux suivants:

Tableau V- 5: Granulométrie (deuxième journée)

Tamis (en mm)	13/04/2015		Moyenne journée		Spécification
	5h00	13h00			
> 5	0	0	0,0	0,0	< 1
4 – 5	31	11	21,0	100,0	> 94
3,15 – 4	55	47	51,0		
2 – 3,15	14	42	28,0		
1 – 2	0	0	0,0	0,0	< 4
<1	0	0	0,0	0,0	< 1

Tableau V- 6 : Résultats des autres paramètres d'analyses (deuxième journée)

Paramètres	13/04/2015		Moyenne journée	Normes	Tolérance
	05h	13h00			
H₂O %	0,11	0,10	0,105	< 0,5	
N_{.Tot} %	25,3	25,74	25,52	27	±0,8
N_{.Amm} %	12,85	12,97	12,91	13, 5	
N_{.Nitr} %	12,45	12,77	12,61	13,5	
Densité Kg/dm³	0,94	0,95	0,94	0,95	
Ca(NO₃)₂ %	0,26	0,41	0,34	< 0,99	
Enrobant %	0,29	0,24	0,27		
pH solution à 10%	5,90	6,35	6,13	6,5-7,5	
Dureté (Kg)	4,22	3,92	4,07	≥ 3,5	
CaO, MgO %	11,80	11,29	11,54	12,0	
CaO %	7,2	6,9	7,05		

V.1.3. Résultats des différents paramètres pour la troisième journée

Les résultats obtenus pour tous les échantillons de la troisième journée sont donnés dans les tableaux suivants:

Tableau V- 7 : Granulométrie (troisième journée)

Tamis (en mm)	14/04/2015				Moyenne journée		Spécif.
	6H00	12h30	13h00	17h00			
> 5	0	-	0	0	0,0	0,0	< 1
4 – 5	5	-	8	0	4,3	100	> 94
3,15 – 4	38	-	50	52	46,6		
2 – 3,15	57	-	42	48	49,0		
1 – 2	0	-	0	0	0,0	0,0	< 4
<1	0	-	0	0	0,0	0,0	< 1

Tableau V- 8 : Résultats des analyses (troisième journée)

Paramètres	14/04/2015				Moyenne journée	Normes	Tolérance
	06h	09h	13h00	17h00			
H ₂ O %	0,1	0,12	0,10	0,10	0,105	< 0,5	
N _{Tot} %	26,6	25,48	26,94	27,41	26,61	27	±0,8
N _{Amm} %	13,30	12,74	13,69	13,95	13,42	13,5	
N _{Nitr} %	13,30	12,74	13,25	13,46	13,19	13,5	
Densité Kg/dm ³	0,96	0,97	0,97	0,97	0,97	0,95	
Ca(NO ₃) ₂ %	0,38	0,34	0,16	0,32	0,30	< 0,99	
Enrobant %	0,2	0,14	0,08	0,1	0,13		
pH solution à 10%	7,12	7,22	6,76	6,16	6,82	6,5-7,5	
Dureté (Kg)	3,98	3,89	4,13	4,22	4,06	≥ 3,5	
CaO, MgO %	11,10	11,35	11,05	10,80	11,07	12,0	
CaO %	7,8	7,5	7,05	7,45	7,45		

V.1.4. Résultats des différents paramètres pour la quatrième journée

Les résultats obtenus pour tous les échantillons de la quatrième journée sont donnés dans les tableaux suivants:

Tableau V- 9: Granulométrie (quatrième journée)

Tamis (en mm)	15/04/2015						Moyenne journée		Spécif
	6H00	12h30	13h00	17h00	22h00	01h00			
> 5	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	< 1
4 – 5	25	19	16	12	4	0	12,7	100,0	> 94
3, 15 – 4	66	68	53	47	39	61	55,7		
2 – 3, 15	9	13	31	41	57	39	31,7		
1 – 2	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	< 4
<1	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	< 1

Tableau V- 10 : Résultats des autres analyses (quatrième journée)

Paramètres	15/04/2015						Moyenne journée	Normes	Tolérance
	06h00	09h00	13h00	17h00	22h00	01h00			
H₂O %	0,11	0,12	0,11	0,07	0,10	0,11	0,103	< 0,5	
N_{Tot} %	26,7	26,65	25,96	27,29	27,8	26,81	26,87	27	±0,8
N_{Amm} %	13,40	13,42	12,98	13,76	13,95	13,49	13,50	13, 5	
N_{Nit} %	13,30	13,23	12,98	13,53	13,85	13,32	13,37	13,5	
Densité Kg/dm³	0,96	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,95	
Ca(NO₃)₂ %	0,36	0,34	0,39	0,29	0,41	0,45	0,37	< 0,99	
Enrobant %	0,10	0,15	0,18	0,2	0,11	0,13	0,15		
pH solution à 10%	6,70	6,78	7,11	7,14	6,90	6,80	6,91	6,5-7,5	
Dureté (Kg)	4,10	4,25	4,04	4,3	4,04	4,1	4,14	≥ 3,5	
CaO, MgO %	11,15	11,18	11,40	10,85	10,68	11,0	10,93	12,0	
CaO %	7,2	6,9	7,05	7,05	7, 01	7,15	7,06		

V.1.5. Résultats des différents paramètres pour la cinquième journée

Les résultats obtenus pour tous les échantillons de la cinquième journée sont donnés dans les tableaux suivants:

Tableau V- 11: Granulométrie (cinquième journée)

Tamis (en mm)	16/04/2015			Moyenne journée		Spécif
	6H00	12h30	13h00			
> 5	0	-	0	0,0	0,0	< 1
4 – 5	8	-	7	7,5	100,0	> 94
3,15 – 4	41	-	50	45,5		
2 – 3,15	51	-	43	47,0		
1 – 2	0	-	0	0,0	0,0	< 4
<1	0	-	0	0,0	0,0	< 1

Tableau V- 12 : Résultats des autres analyses (cinquième journée)

Paramètres	16/04/2015			Moyenne journée	Normes	Tolérance
	06h	09h	13h00			
H ₂ O %	0,1	0,10	0,08	0,093	< 0,5	
N _{.Tot} %	26,24	28,5	27,72	27,49	27	±0,8
N _{.Amm} %	13,12	14,25	13,86	13,74	13, 5	
N _{.Nitr} %	13,12	14,25	13,86	13,74	13,5	
Densité Kg/dm ³	0,98	0,97	0,97	0,97	0,95	
Ca(NO ₃) ₂ %	0,36	0,66	0,39	0,47	< 0,99	
Enrobant %	0,17	0,15	0,12	0,15		
pH solution à 10%	7,20	7,00	7,18	7,13	6,5-7,5	
Dureté (Kg)	4,50	4,45	4,6	4,52	≥ 3,5	
CaO, MgO %	11,35	10,05	10,61	10,67	12,0	
CaO %	6,5	6,8	7,6	6,97		

V.2. Discussions des résultats d'analyses

- ❖ A partir des résultats d'analyses des différents paramètres (dureté, granulométrie, densité, enrobant, humidité,) on s'aperçoit que les valeurs obtenues sont pratiquement constantes mais varient légèrement par rapport aux normes fixées par le procédé de production.
- ❖ L'examen du graphe (figure V-1) représentant la teneur des cinq moyennes journalières en azote du nitrate d'ammonium calcique nous a permis de distinguer une irrégularité « anomalie » dans la teneur d'azote qui s'est avérée être très inférieure à la norme de sa qualité de production (27% avec une marge de ± 0,8) en début de production. En plus, il convient de remarquer, du début jusqu'à la fin de la production, que le taux d'azote qui était inférieur à la norme pendant les deux premiers jours ne cessa de grimper pour atteindre la valeur requise. Cette irrégularité peut être due au non

contrôle du procédé pendant les premières jours de production lors de l'ajout de la dolomite ou même peut-être des pompes doseuses du nitrate d'ammonium.

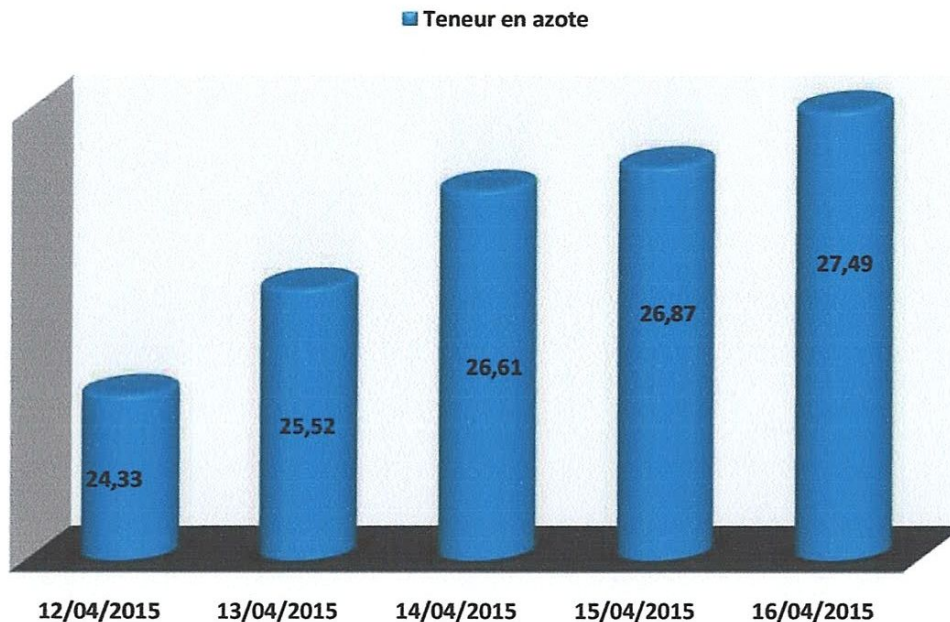


Figure V- 1: Teneur d'azote en fonction des moyennes de production journalières.

- ❖ La norme préconisée du pH pour le nitrate d'ammonium calcique est de 6,5 -7,5. Ce pH confère en général aux engrais une caractérisation neutre, le but étant de procurer aux végétaux des engrais neutres car on sait pertinemment qu'un pH acide ou même un pH basique peut avoir des conséquences désastreuses sur la végétation. Cependant d'après le graphe (Figure V-2) caractérisant le pH en fonction des moyennes journalières, on remarque que le pH tout comme le taux d'azote, est inférieur aux normes préconisées de fabrication au cours des deux premiers jours de production. Ce pH s'est révélé être acide pendant le début de la production, les deux premières jours, et ne cessa d'augmenter pendant les autres jours. Ceci nous laisse comprendre que la liqueur de nitrate d'ammonium au niveau de l'unité fonctionnel n'était pas à un pH normal. Ceci pouvant être du à l'importance de la quantité de l'acide nitrique au détriment de l'ammoniac utilisé pour le procédé d'obtention de la liqueur du nitrate d'ammonium.

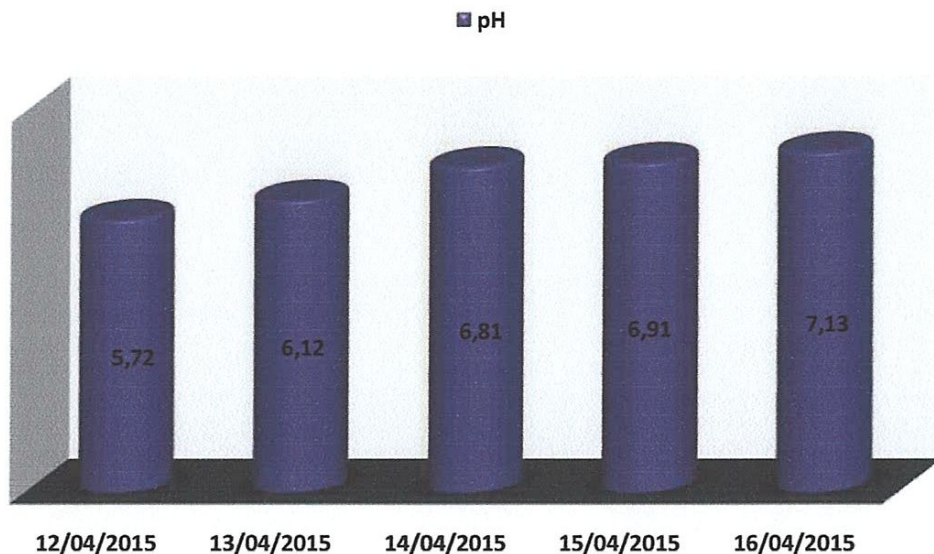


Figure V- 2 : pH en fonction des moyennes journalières de production.

❖ Par ailleurs, d'après le graphe (figure V-3), on remarque qu'il ya une corrélation entre le taux d'humidité et la dureté. Ainsi l'examen approfondi de ce graphe nous informe sur la proportionnalité inverse qui existe entre la dureté et l'humidité. En effet, une humidité importante est synonyme de faible dureté ce qui susceptible de favoriser la prise en masse de l'engrais lors du stockage. Chose qu'il faut à tout prix éviter pour des raisons de sécurité. Car la prise en masse est un phénomène à risque de dégranulation mais aussi pouvant aussi initier des incendie lors de stockage.

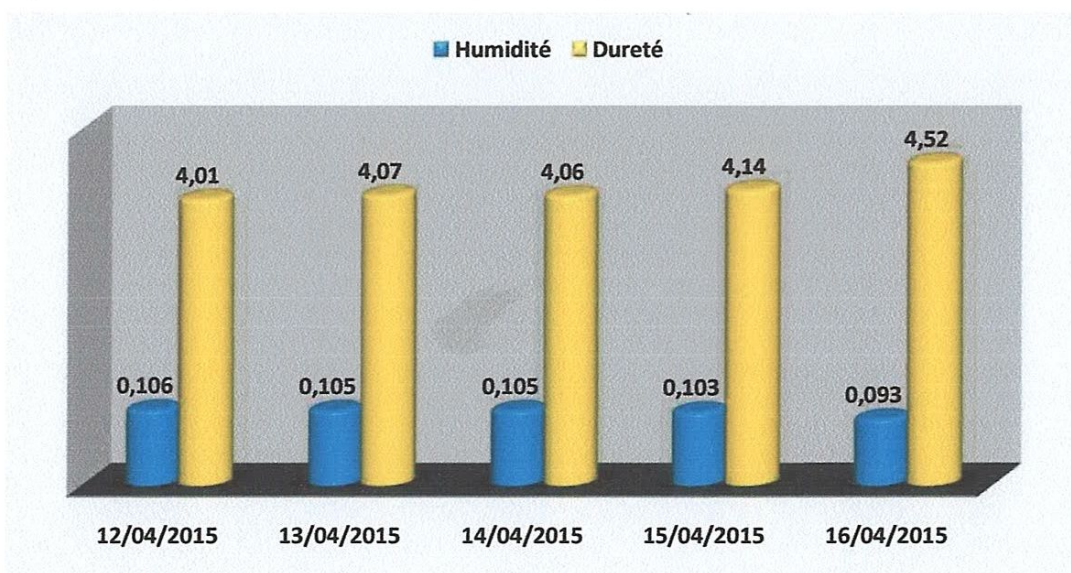


Figure V- 3 : Taux d'humidité et dureté en fonction des moyennes journalière de production.

V.3. Application d'outil qualité : méthodes des cinq (5) pourquoi

Les cinq "Pourquoi ?" est un outil qualité utilisé dans le domaine du contrôle de qualité qui est la base d'une méthodologie de résolution de problèmes proposée dans un grand nombre de systèmes de qualité.

Cet outil d'analyse permet de rechercher les causes d'une situation à problème ou d'un dysfonctionnement. C'est une méthode de questionnement systématique destinée à remonter aux causes premières possibles d'une situation, d'un phénomène observé ^[15].

V.3.1. Procédure des « 5 pourquoi ? »

La démarche de cet outil qualité consiste à se poser la question « Pourquoi ? » au moins cinq fois de suite pour être sûre de remonter à la cause première. Les étapes sont les suivantes :

- Enoncer clairement le problème
- Répondre, en observant les phénomènes physiques, à la question « Pourquoi ? »
- Apporter la solution à cette réponse.
- Pour cela, le problème est reformulé sous la forme d'une question commençant par Pourquoi ^[16].

V.3.2. Application des cinq pourquoi ? sur le nitrate d'ammonium calcique CAN27% en N

Problématique :

Notre problème dans cette partie est de remonter à la source première expliquant la non-conformité de l'engrais nitrate d'ammonium calcique CAN 27% en N au cours de la production hebdomadaire du 12-16 avril 2015, c'est-à-dire la non-conformité par rapport à la teneur moyenne d'azote lors de toute la production qui était relativement inférieur à la norme de sa fabrication (26, 16 %).

- **Question 1 :** Pourquoi le nitrate d'ammonium calcique CAN 27% produit à FERTIAL du 12-16 Avril 2015 n'est pas de bonne qualité ?
- **Réponse 1 :** le nitrate d'ammonium calcique CAN27% produit du 12-16 avril 2015 n'est pas de bonne qualité parce que la teneur moyenne en azote de la production est inférieure à 27% ±0,8 (moyenne de production 26, 16).

- **Question 2 :** Pourquoi la teneur moyenne en azote de toute la production est inférieure à $27\% \pm 0,8$?
- **Réponse 2 :** Parce qu'il est possible que les matières premières intermédiaires (nitrate d'ammonium, dolomite) ou les matières premières initiales ne soient pas de grande qualité, cette contrainte est possible même dans le cas des solvants utilisés qui peuvent ne pas être de grande pureté.
- **Question 3 :** Pourquoi la teneur moyenne en azote de la production est inférieure à $27\% \pm 0,8$ (26,16) ?
- **Réponse 3 :** Parce que les quantités des matières premières intermédiaires ont été peut-être mal dosées. Dans ce cas, nous allons calculer les matières premières intermédiaires (nitrate d'ammonium et dolomite) pour les comparer avec les quantités requises de manière théorique:

V.3.2.1. Bilan matière première

Le tableau V-13, résume les quantités des deux matières premières requises pour la production de 1 tonne de nitrate d'ammonium calcique CAN 27% d'azote de manière théorique.

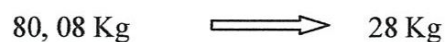
Tableau V- 13 : Quantité des masses théoriques des matières premières

NH₄NO₃ (kg)	770
Dolomite (kg)	230
Total (kg)	1000

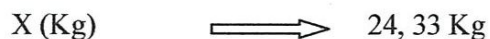
Après la détermination des paramètres physico-chimiques qui caractérisent la qualité du nitrate d'ammonium calcique CAN 27% N au niveau du laboratoire de structure contrôle de qualité, il est impératif de déterminer les débits massiques des matières premières réactionnelles et des matières inertes qui ont été utilisées afin de vérifier et corriger le dosage de ces matières au niveau de l'unité fonctionnelle de production du nitrate d'ammonium calcique.

Ces calculs seront effectués en prenant pour base le calcul les résultats moyens journaliers des deux matières premières fondamentales à la production du nitrate d'ammonium calcique 27% N. Il s'agit principalement de la liqueur de nitrate d'ammonium à 35% d'azote et la dolomite.

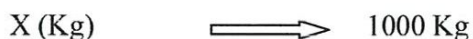
➤ **Calcul du débit massique du nitrate d'ammonium de la première journée**



$$X = \frac{80,04 \times 24,33}{28} = 69,583 \text{ Kg}$$



$$X = \frac{60,583 \times 1000}{100} = 695,83 \text{ Kg}$$



$$m(\text{NH}_4\text{NO}_3) = 695,83 \text{ Kg/Tonne}$$

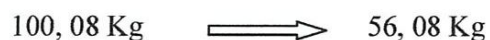
Les résultats des autres journées sont consignés dans le tableau V-14.

➤ **Calcul du débit massique moyen de la dolomite de la première journée**

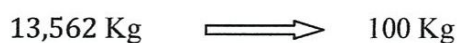
Avant de déterminer de débit massique de la dolomite il faut d'abord connaître le pourcentage de la dureté magnésique dans le nitrate d'ammonium calcique : ceci consiste à soustraire de la dureté totale la dureté calcique.

$$\% \text{ MgO} = (\% \text{ CaO, MgO}) - (\% \text{ CaO})$$

$$\text{AN: } \% \text{ MgO} = 12,3 - 7,6 = 4,7 \%$$

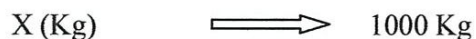


$$X = \frac{100,07 \times 7,6}{56,08} = 13,562 \text{ Kg}$$

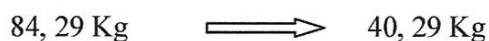
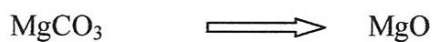


$$X = \frac{135,62 \times 1000}{100} = 135,62$$

Kg/Tonne



$$m(\text{CaCO}_3) = 135,62 \text{ Kg/Tonne}$$



$$X = \frac{84,29 \times 4,7}{40,29} = 9,832 \text{ Kg}$$

X (Kg) \implies 4,7 Kg

9,832 Kg \implies 100 Kg $X = \frac{9,832 \times 1000}{100} = 98,32 \text{ Kg}$

X (Kg) \implies 1000 Kg

$m(\text{MgCO}_3) = 98,32 \text{ Kg/Tonne}$

La masse de la dolomite se calcule en additionnant la dureté calcique à celle magnésique :

$$\% \text{CaO, MgO} = \% \text{MgO} + \% \text{CaO}$$

$$\% \text{CaO, MgO} = 135,61 + 98,32 = 232,15 \text{ Kg/ Tonne}$$

Les résultats de calcul des masses ainsi que les normes sont regroupés dans le tableau ci-dessus.

Tableau V- 14 : Quantités des masses moyennes pratiques des matières premières

	1 ^{ère} journée	2 ^{ème} journée	3 ^{ème} journée	4 ^{ème} journée	5 ^{ème} journée	Valeur pratique moyenne	Normes théoriques
NH₄NO₃ Kg	695,83	729,87	761,04	768,48	786,21	748,28	770
Dolomite Kg	233,94	220,76	211,17	209,09	204,12	215,81	230
Total Kg	929,77	950,63	972,21	977,57	990,33	964,09	1000

- **Question 4 :** Pourquoi les quantités des matières premières intermédiaires ne correspondent-elles pas à celles théoriques ?
- **Réponse 4 :** Les quantités des matières premières intermédiaires ne correspondent pas à celles théoriques à cause du problème de perte de charge dans les pipes lors du transport de nitrate d'ammonium ou même la perte de charge lors du transport de la dolomite par des bandes transporteuses.
- **Question 5 :** Pourquoi les quantités des matières premières intermédiaires ne correspondent-elles pas à celles théoriques ?

- **Réponse 5** : les quantités des matières premières intermédiaires ne correspondent pas à celles théoriques parce qu'il est possible qu'il y ait un problème au niveau des pompes doseuses de nitrate d'ammonium et celles de la dolomite, ce qui aurait un impact direct sur la quantité des matières premières intermédiaires donc sur la teneur d'azote du nitrate d'ammonium calcique CAN 27% en N.

V.4. Discussion

- ❖ Théoriquement pour produire 1 Tonne de nitrate d'ammonium calcique nous avons besoin de 0,77 tonne de NH_4NO_3 et 0,23 Tonne de dolomite.
- ❖ C'est ainsi, vu nos résultats du (tableau V-12), on s'aperçoit que nos valeurs pratiques obtenues diffèrent légèrement des valeurs théoriques censées correspondre aux normes de la production. A cet effet durant les cinq jours d'analyses on remarque que le débit de la dolomite tout comme celui du nitrate d'ammonium utilisé sont tantôt inférieurs aux normes tantôt supérieurs, cette irrégularité est peut-être due à la perturbation des pompes doseuses qui servent à l'alimentation en dolomite et en nitrate d'ammonium.
- ❖ En outre en représentant graphiquement (Figure V-4) les valeurs du taux d'azote des moyennes des cinq jours de production et celles des moyennes journalières de la dolomite on peut dire qu'il y'a une proportionnalité inverse entre le taux d'azote et le débit de la dolomite.

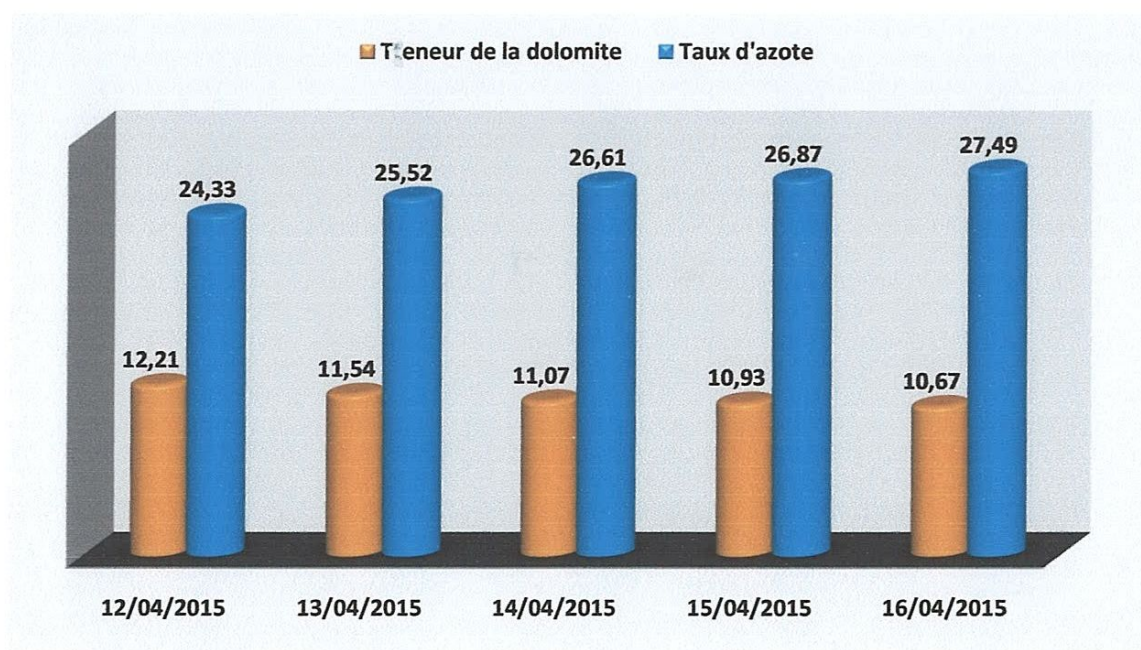


Figure V- 4 : Taux d'azote et teneur de dolomite en fonction des moyennes journalières de production.

Conclusion

A la lumière de nos résultats d'analyses et du bilan des matières premières réalisés nous pouvons dire que l'entreprise FERTIAL se doit d'être plus exigeante pour améliorer la qualité du nitrate d'ammonium calcique CAN 27% en N, car nous avons remarqué à travers cette étude la non-conformité de la qualité de l'engrais quant à sa teneur en azote, alors que cette dernière est supposée faire sa spécification.



Conclusion générale

&

Perspective

Conclusion générale et perspective

A la lumière de ce modeste travail nous avons tiré les conclusions suivantes :

Du point de vue généralités, il ressort que l'apport des engrais à base de nitrate d'ammonium calcique en grandes cultures soit indispensable pour répondre à leurs exigences nutritionnelles et l'effet bénéfique de ces engrais à la fois sur le rendement et sur la qualité des cultures est bel et bien connu. Toute fois un effet à la fois sanitaire et environnemental peut être observé

- Le risque sanitaire le plus connu est celui relatif à la consommation d'eau riche en nitrate.
- Le risque environnemental est celui de la pollution de l'eau potable et le celui lié au phénomène d'eutrophisation.

De point de vue descriptif, le procédé de synthèse du nitrate d'ammonium calcique aussi facile qu'il paraisse être superficiellement, dans le fond c'est un procédé très complexe car le nitrate d'ammonium fait parti des produits impliqués dans de nombreux accidents majeurs. Stable pour les uns, dangereux pour les autres, sa chimie est des plus complexes. Ce qui par conséquent octroie à son procédé une suivie attentionnelle et particulière pour éviter tout risque d'explosion pouvant entraîner des conséquences tant humaines que matérielles sans oublier celles relatives à l'environnement.

Enfin d'un point de vue qualité, la qualité du nitrate d'ammonium calcique 27% en N produit à FERTIAL reste à être revue en examen par l'entreprise. Car durant nos 5 jours de contrôle de qualité nous avons décelé le non respect des normes de qualité de l'engrais nitrate d'ammonium calcique CAN 27% en N quant à sa teneur en azote qui était relativement faible de point de vue production hebdomadaire du 12-16 avril 2015.

Par constatation des résultats d'analyses obtenus et du bilan des matières premières utilisées nous dirons que l'entreprise FERTIAL est tenue à engager de nombreuses actions correctives concernant l'ajustement du taux d'azote dans le nitrate d'ammonium calcique pour avoir un produit de bonne qualité ayant les propriétés physico-chimiques exigées par le client.

Références bibliographiques

- [1] : http://www.fertial-dz.com/pdf/Manuel_Engrais.pdf
- [2] : Archives des documents de FERTIAL.
- [3] : Marie-Astrid Kordek, 2005, RAPPORT D'ÉTUDE N° 65281 sur Les engrais solides à base de nitrate d'ammonium, INERIS.
- [4] : Mme Rouaiguia, 2013, cours de chimie minérale licence L3 génie des procédés « les engrais » université 08 Mai 1945.
- [5] : Isabelle Brusset, Fabien Leveau, Pascal Spinat, Alexandre Trani et Julin Verollet, étude 2002, le nitrate d'ammonium « description, production, utilisation et précaution d'usage » université de Toulouse, France.
- [6] : [fr.wikipedia.org/wiki/nitrate d'ammonium/utilisations/définition/propriétés/](http://fr.wikipedia.org/wiki/nitrate_d'ammonium/utilisations/d%C3%A9finition/propri%C3%A9t%C3%A9s/)
- [7]: John E Schatz, 2012 « Improved modeling of the dynamic fracturing of rock with propellants».
- [8] : Norme de la préparation, élaboration et gestion de normes, CAN 27% en N procédure et instruction de Fertial Annaba.
- [9] : Document interne de l'unité de production du CAN27 de l'usine de FERTIAL.
- [10] : Manuel opératoire du complexe FERTIAL. Identification du produit fini CAN 27 (Les propriétés physico-chimiques et les dangers).
- [11] : Philippe Moraillon, 1987, j6020- j1863 « Nitrate d'ammonium (ammoniatres)» Technique d'ingénieur, Paris.
- [12] : Manuel des analyses du laboratoire FERTIAL d'Annaba.
- [13] : Guide du laboratoire de FERTIAL des différents appareils.
- [14] : Relevé des fiches de spécifications-service technique du complexe FERTIAL.
- [15] : Mme A. MEBARKI, 2015, cours d'ingénieur en H.S.E « les outils de la qualité» institut d'informatique et de management El-qalem/Annaba.

[16] : William Lancksweerd, 2010, « outils qualité efficaces pour la résolution de problème : les cinq "pourquoi ?" », TUV Rheinland France.

Annexe 1



Photo 1 : Broyeur



Photo 2 : Analyseur d'humidité à infrarouge

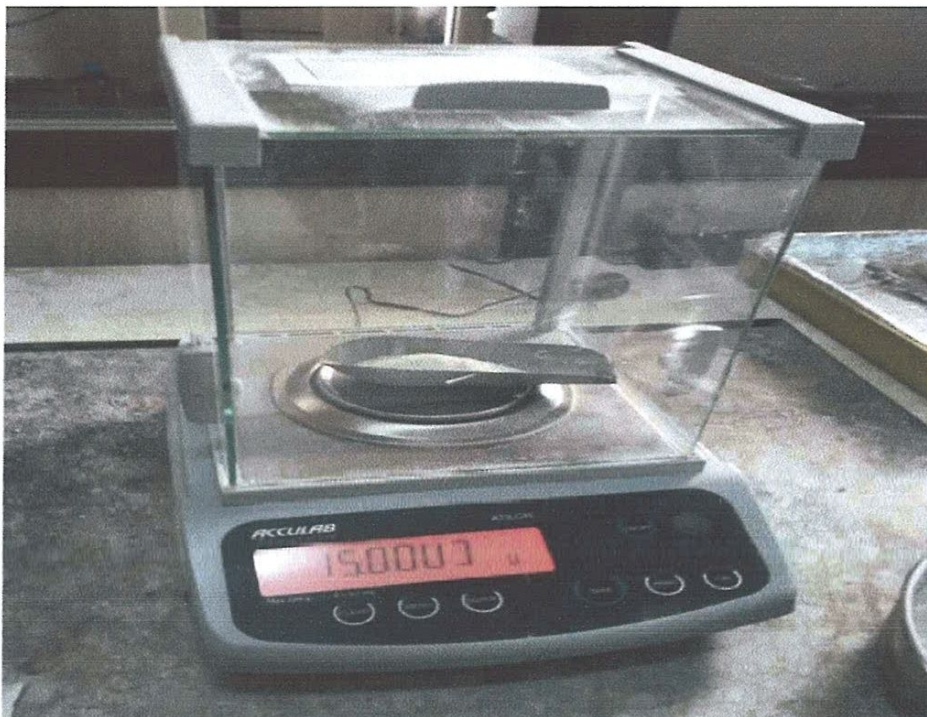


Photo 3 : Balance analytique



Photo 4 : pH-mètre



Photo 5 : Dynamomètre

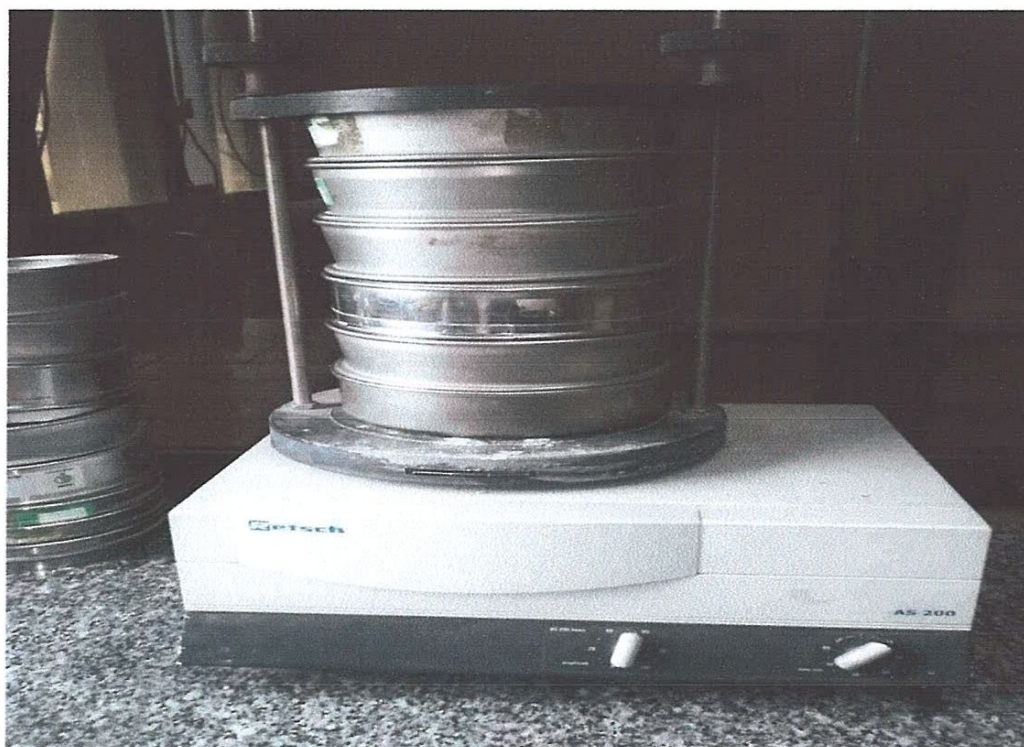


Photo 6 : Tamiseuse



Photo 7 : Dessiccateur



Photo 8 : Distillateur k-320

Annexe 2

Définitions des paramètres

Humidité : L'humidité est la présence d'eau ou de vapeur d'eau dans l'air ou dans une substance (linge, pain, produit chimique, etc.).

pH : Le potentiel hydrogène (ou pH) mesure l'activité chimique des ions hydrogènes (H^+) (appelés aussi couramment protons) en solution. Notamment, en solution aqueuse, ces ions sont présents sous la forme de l'ion oxonium. Plus couramment, le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution. Ainsi, dans un milieu aqueux à 25 °C, une solution avec un pH :

- ❖ inférieur à 7 est acide ;
- ❖ supérieur à 7 est basique ;
- ❖ égal à 7 est neutre.

Dureté : De manière générale, la dureté est la résistance d'un matériau à être marqué par un autre, par une rayure ou pénétration.

Densité : La densité ou densité relative d'un corps est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps pris comme référence.

Granulométrie : Etude de la répartition de différentes tailles d'une masse des particules.

Ammoniac : Gaz, de formule chimique NH_3 composé d'azote et d'hydrogène, incolore et odeur suffocante, extrêmement soluble dans l'eau.

Ammoniaque : Solution aqueuse de l'ammoniac.

Dolomite : Matière inerte à base de carbonate de calcium et de magnésium.

Engrais : Matière fertilisantes dont la fonction principale est d'apporter aux plantes des éléments directement utiles à leur nutrition.

Cristallographie : Branche des sciences physique qui étudie la structure et les propriétés des cristaux de l'aspect macroscopique, à l'échelle atomique.

Hygroscopie : Se dit une substance ayant une grande affinité pour l'eau, absorbant l'humidité de l'environnement dans lequel il se trouve (exemple chlorure de calcium ou sulfate de magnésium)

Liqueur : Solution aqueux pharmaceutique ou chimique.

Résumé :

Depuis l'antiquité, l'homme a utilisé les engrais pour améliorer le développement de ses cultures. Les engrais ont pour but d'apporter en forte quantité les éléments minéraux afin d'améliorer la croissance des plantes, d'avoir de meilleurs rendements et une meilleure qualité des produits.

C'est dans cette optique, que nous avons essayé dans ce travail de suivre le procédé industriel de synthèse d'un engrais « le nitrate d'ammonium calcique CAN 27% en N » suivi de son contrôle de qualité à l'entreprise FERTIAL d'Annaba, une entreprise nationale renommée dans la production et la commercialisation des engrais.

Mot clés : Engrais, CAN 27% en N, synthèse, contrôle, qualité.

Abstract:

Since ancient times, man used fertilizers to improve the development of its cultures. Fertilizers are intended to bring in large quantities the minerals to improve plant growth, to have better yields and better product quality.

With this in mind, we will try in this work to follow the industrial process of synthesizing a fertilizer "the calcium ammonium nitrate 27% N CAN" followed by its quality control in FERTIAL of Annaba, a nationally known factory in the production and marketing of fertilizers.

Key words: Fertilizer, 27% N CAN, synthesis, control, quality.