

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication : **MA 27870 A1** (51) Cl. internationale : **C05B 15/00; C05B 17/02**

(43) Date de publication :
02.05.2006

(21) N° Dépôt :
28467

(22) Date de Dépôt :
29.08.2005

(30) Données de Priorité :
31.08.2004 US 10/929,501

(71) Demandeur(s) :
THE MOSAIC COMPANY, 3033 Campus Drive, Suite E490 Plymouth Minnesota 55441 (US)

(72) Inventeur(s) :
LAWRENCE ALAN PEACOCK

(74) Mandataire :
ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)

(54) Titre : **Méthode pour produire un engrais avec des micronutriments**

(57) Abrégé : Selon une méthode de production d'un engrais phosphaté, une première fraction du phosphate est produite dans un réacteur tubulaire, et une deuxième fraction du phosphate est produite dans un pré-neutralisateur. Les deux fractions du phosphate sont ensuite acheminées vers un granulateur. De l'ammoniac est ajouté au granulateur pour réagir avec les deux fractions du phosphate. Pour produire la première fraction du phosphate, un micronutriment est ajouté à l'acide phosphorique pour produire un acide enrichi, et l'acide enrichi et de l'ammoniac sont ajoutés à un réacteur tubulaire où on les laisse réagir pour produire du phosphate d'ammonium.

RÉSUMÉ

Selon une méthode de production d'un engrais phosphaté, une première fraction du phosphate est produite dans un réacteur tubulaire, et une deuxième fraction du phosphate est produite dans un pré-neutralisateur. Les deux fractions du phosphate sont ensuite acheminées vers un granulateur. De l'ammoniac est ajouté au granulateur pour réagir avec les deux fractions du phosphate. Pour produire la première fraction du phosphate, un micronutriment est ajouté à l'acide phosphorique pour produire un acide enrichi, et l'acide enrichi et de l'ammoniac sont ajoutés à un réacteur tubulaire où on les laisse réagir pour produire du phosphate d'ammonium.

MÉTHODE POUR PRODUIRE UN ENGRAIS AVEC DES MICRONUTRIENTS

CONTEXTE DE L'INVENTION

[0001] En plus des nutriments primaires, tels que le carbone, l'hydrogène, l'oxygène, l'azote, le phosphore et la potasse, les plantes ont besoin de nutriments secondaires et de micronutriments. Les nutriments secondaires sont nécessaires en quantités plus petites que les nutriments primaires, et comprennent le calcium, le soufre et le magnésium. Les micronutriments sont nécessaires en très petites quantités, plus petites que les quantités de nutriments secondaires, et comprennent le zinc, le manganèse, le fer, le cuivre, le molybdène, le bore, le chlore, le cobalt et le sodium.

[0002] Les nutriments primaires que sont l'azote, le phosphore et la potasse peuvent être fournis par des engrais. Suivant les besoins de la plante, il est également possible de fournir des micronutriments au moyen d'engrais. Cependant, en raison des très petites quantités, il est difficile d'incorporer les micronutriments dans des engrais d'une manière qui apportera de petites quantités de ces micronutriments pratiquement uniformément à chaque plante.

RÉSUMÉ DE L'INVENTION

[0003] Pour répondre à ces préoccupations, et/ou à d'autres, l'inventeur propose une méthode de production d'un engrais phosphaté dans laquelle une première fraction du phosphate est produite dans un réacteur tubulaire, et une deuxième fraction du phosphate est produite dans un pré-neutralisateur. Les deux fractions du phosphate sont ensuite acheminées vers un granulateur. De l'ammoniac est ajouté au granulateur pour réagir avec les deux fractions du phosphate.

[0004] La deuxième fraction pourra constituer de 22 % à 38 % (en poids) de l'engrais phosphaté, le reste étant produit dans le réacteur tubulaire et le granulateur. L'engrais phosphaté peut être du phosphate mono-ammonique ou du phosphate di-ammonique.

[0005] Un rapport optimal entre l'ammoniac et l'acide phosphorique peut être utilisé pour obtenir un produit désiré. Dans ce cas, l'ammoniac et l'acide phosphorique peuvent être acheminés vers le pré-neutralisateur avec un déficit en ammoniac et un rapport entre ammoniac et acide phosphorique inférieur au rapport optimal. L'ammoniac ajouté au granulateur compense le déficit en ammoniac. En raison du déficit, la deuxième fraction du phosphate peut avoir une solubilité qui est supérieure à la solubilité du phosphate produit en

utilisant le rapport optimal. Pour le réacteur tubulaire, l'ammoniac et l'acide phosphorique peuvent être amenés pratiquement selon le rapport optimal.

[0006] L'inventeur propose également une méthode de production d'un engrais phosphaté dans lequel un micronutriment est ajouté à l'acide phosphorique pour produire un acide enrichi, et l'acide enrichi et de l'ammoniac sont ajoutés à un réacteur tubulaire où on les laisse réagir pour produire du phosphate d'ammonium. Un seul ou plusieurs micronutriments peuvent être utilisés. Le zinc, le manganèse, le fer, le cuivre, le molybdène, le bore, le chlore, le cobalt et le sodium sont des exemples de micronutriments possibles.

[0007] Dans ce cas, une première fraction du phosphate peut être produite dans le réacteur tubulaire. Pour produire une deuxième fraction du phosphate, de l'ammoniac et de l'acide phosphorique peuvent être combinés dans un pré-neutralisateur. Un micronutriment peut être ajouté à l'acide phosphorique avant que l'acide phosphorique soit combiné à l'ammoniac dans le pré-neutralisateur. Les deux fractions du phosphate peuvent ensuite être ajoutées à un granulaturier.

BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS

[0008] Ces objectifs et avantages de la présente invention, ainsi que d'autres, apparaîtront plus clairement et seront plus facilement appréciés grâce à la description suivante des modes d'application privilégiés, en conjonction avec les dessins joints, parmi lesquels :

La figure 1A est un schéma d'un système destiné à produire un engrais auquel sont ajoutés des micronutriments.

La figure 1B est une courbe de solubilité représentant la solubilité dans l'eau du phosphate d'ammonium à différentes températures en fonction du rapport molaire entre l'azote et le phosphore.

La figure 2 est une vue schématique d'un réacteur tubulaire illustré dans la figure 1.

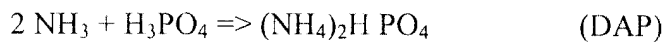
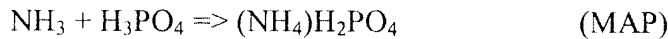
La figure 3 est une vue en coupe transversale d'un granulaturier illustré dans la figure 1.

DESCRIPTION DÉTAILLÉE DU MODE D'APPLICATION PRIVILÉGIÉ

[0009] Il sera maintenant fait référence en détail aux modes d'application privilégiés de la présente invention, dont des exemples sont illustrés dans les dessins joints, dans lesquels les mêmes numéros de référence sont utilisés tout au long pour désigner des éléments de même nature.

[0010] La figure 1A est un schéma d'un système destiné à produire un engrais auquel sont ajoutés des micronutriments. Dans la figure 1A, un engrais au phosphate d'ammonium est produit en faisant réagir de l'acide phosphorique (H_3PO_4) avec de l'ammoniac (NH_3) au cours d'une réaction exothermique.

Du phosphate mono-ammonique (« MAP ») ou du phosphate di-ammonique (« DAP ») peut être produit selon les réactions suivantes, en fonction du rapport entre les deux réactifs.



[0011] Le processus illustré dans la figure 1A repose sur la combinaison d'une réaction de titration directe et d'une réaction dans un réacteur tubulaire. Un pré-neutralisateur 1 est alimenté en acide phosphorique provenant d'un premier réservoir d'acide 3 et en ammoniac provenant d'une source d'ammoniac 5. La réaction du réacteur tubulaire se produit dans le réacteur tubulaire 7, qui est alimenté en acide phosphorique à partir d'un deuxième réservoir d'acide 9 et en ammoniac à partir de la source d'ammoniac 5. Les micronutriments peuvent être ajoutés à l'engrais en les dissolvant d'abord dans le premier réservoir d'acide 3 et/ou dans le deuxième réservoir d'acide 9. Bien qu'il soit possible d'utiliser différents rapports, une fraction de 33 % à 99 % (en poids), plus particulièrement de 50 % à 80 % (en poids), et encore plus particulièrement de 62 % à 72 % (en poids) du phosphate d'ammonium peut être produite dans le réacteur tubulaire 7, le reste étant produit dans le pré-neutralisateur 1.

[0012] Le pré-neutralisateur 1 est un réacteur agité qui produit une bouillie de phosphate d'ammonium. Du MAP, du DAP ou une combinaison des deux peut être produit dans le pré-neutralisateur 1, en fonction du rapport entre l'ammoniac et l'acide phosphorique. Le phosphate d'ammonium produit dans le pré-neutralisateur 1 est acheminé vers un granulateur 9. Le temps de contact dans le pré-neutralisateur peut être de 5 à 55 minutes, plus particulièrement de 15 à 45 minutes, et encore plus particulièrement de 25 à 35 minutes.

[0013] Le réacteur tubulaire 7 est un réacteur en forme de tube où du phosphate d'ammonium est formé en faisant réagir de l'ammoniac et de l'acide phosphorique. Comme dans le pré-neutralisateur 1, du MAP, du DAP ou une combinaison des deux peut être produit dans le réacteur tubulaire 7. Dans un exemple, la chaleur évacuée à la sortie du réacteur tubulaire 7 était de 600 000 BTU/h/in², étant donné que la réaction entre l'ammoniac et l'acide

phosphorique est exothermique. La température élevée dans le réacteur tubulaire 7 aide à faire avancer la réaction à une vitesse élevée.

[0014] Le phosphate d'ammonium passe du réacteur tubulaire 7 au granulateur 9 sous forme pulvérisée, étant donné que le phosphate d'ammonium est en fusion à cause de la température élevée dans le réacteur tubulaire 7. Après sa sortie du réacteur, il se refroidit immédiatement pour former des granulés. Ces granulés peuvent être de forme irrégulière, avec des protubérances. Ces protubérances peuvent être éliminées lorsque le phosphate d'ammonium provenant du réacteur tubulaire 7 est soumis à une autre réaction avec de l'ammoniac dans le granulateur 9. Par conséquent, le granulateur 9 a pour rôle de transformer l'engrais en un produit qui peut être facilement appliqué aux plantes appropriées.

[0015] Comme cela sera expliqué plus en détail ci-dessous, le granulateur 9 a la forme d'un lit tournant. Un lit de phosphate d'ammonium à l'intérieur du granulateur part du sol et remonte partiellement le long de la paroi rotative lorsque le granulateur tourne. En plus de la sortie du pré-neutralisateur 1 et du réacteur tubulaire 7, le granulateur est aussi alimenté en ammoniac par le diffuseur d'ammoniac 11. L'ammoniac émis par le diffuseur d'ammoniac 11 complète la réaction du phosphate d'ammonium. La réaction est donc une réaction de titration directe. Le granulateur 9 est également alimenté en engrais recyclé à partir d'un flux de recyclage 13.

[0016] Le phosphate d'ammonium formé dans le granulateur 9 n'a pratiquement aucune protubérance et se présente sous forme de granulés à sphéricité relativement élevée. Plus la sphéricité des granulés de phosphate d'ammonium est élevée, plus les granulés s'écoulent facilement, augmentant le rendement lors du stockage, de la manutention, du transport et de l'application. La sphéricité augmente lorsque les granulés de phosphate d'ammonium sont renvoyés de façon répétée dans le granulateur 9 par l'intermédiaire du flux de recyclage 13.

[0017] La sortie du granulateur se trouve à une élévation réduite par rapport à l'entrée, ce qui entraîne la sortie du produit vers un tambour de séchage 15. Dans le tambour de séchage 15, de l'air chaud, à une température pouvant aller de 400 à 700 °F (200 à 370 °C), et plus particulièrement de 500 à 600 °F (260 à 315 °C), est soufflé sur l'engrais pour le sécher. L'air chaud peut être produit par un brûleur à gaz et être envoyé dans le sécheur dans une direction colinéaire à la direction du flux de l'engrais. Le sécheur peut aussi se présenter sous la forme d'un sécheur à lit rotatif.

[0018] À partir du tambour de séchage 15, le produit séché est envoyé vers des tamis 17. Les tamis 17 peuvent comprendre plusieurs tamis vibrants qui séparent les particules qui sont trop petites ou trop grandes par rapport à une taille optimale prédéterminée. Les particules surdimensionnées sont envoyées vers un broyeur 19. Un laminoir à cylindres, un broyeur à chaîne ou un autre appareil de concassage peut également être utilisé pour remplir cette fonction et réduire la taille des particules surdimensionnées. Les particules broyées sont combinées avec les particules de dimension insuffisante et recyclées vers le granulateur 9. Le flux 13 porte le nom de « fines recyclées ».

[0019] Les tamis 17 séparent aussi un flux de produit constitué de particules répondant à la taille optimale prédéterminée. Le flux de produit est refroidi dans un collecteur 21. Avant d'être envoyées vers le collecteur pour le refroidissement, une partie des particules de dimension correcte peuvent être recyclées vers le granulateur 9 avec les particules de dimension insuffisante et les particules surdimensionnées broyées. Le recyclage potentiel de particules de dimension correcte est appelé flux 23 dans la figure 1A. Tous les composés volatils émis au cours du processus de refroidissement, ainsi que les composés volatiles qui sont émis du tambour de séchage 15 ou du granulateur 9, peuvent être envoyés vers un épurateur, où ils seront traités avant d'être dispersés dans l'atmosphère.

[0020] La figure 1B est une courbe de solubilité (Frank Achorn and David Saliday, « Latest Developments in use of TVA Rotary Ammonia Granulator », réunion AIChE, Washington, D.C., novembre 1983) qui montre la solubilité dans l'eau du phosphate d'ammonium à différentes températures en fonction du rapport molaire entre l'azote et le phosphore. Comme on peut le voir, il y a deux creux dans la courbe de solubilité, respectivement à un rapport N/P de 1,0 et de 2,0. Au niveau de ces creux, il reste très peu de phosphate d'ammonium en solution. Le creux à 1,0 représente le MAP, et le creux à 2,0 représente le DAP.

[0021] Les quantités d'ammoniac et d'acide phosphorique qui sont envoyées vers les divers composants de la figure 1A sont contrôlées en fonction de la courbe de solubilité. La figure 1B montre que la solubilité augmente avec la température. Le réacteur tubulaire 7 fonctionne à une température extrêmement élevée. À cette température, le phosphate d'ammonium est un liquide en fusion. De l'ammoniac et de l'acide phosphorique peuvent être envoyés dans le réacteur tubulaire 7 selon le rapport désiré entre ammoniac et acide phosphorique (N/P) dans une plage d'environ 1,0 à 2,0.

[0022] D'autre part, le phosphate d'ammonium, qui va du pré-neutralisateur 1 au granulateur 9, est à une température réduite. Le rapport molaire N/P dans le pré-neutralisateur se situe en dehors des creux de faible solubilité, et ceci peut aider à maintenir le phosphate d'ammonium sous forme de bouillie avant l'introduction dans le granulateur 9. Pour faire du MAP, le rapport N/P des réactifs envoyés vers le pré-neutralisateur peut être de 0,3 à 0,9, plus particulièrement de 0,5 à 0,7, et encore plus particulièrement de 0,55 à 0,65. Pour faire du DAP, le rapport N/P des réactifs envoyés vers le pré-neutralisateur peut être de 1,1 à 1,7, plus particulièrement de 1,3 à 1,5, et encore plus particulièrement de 1,35 à 1,45.

[0023] Lors de la fabrication de MAP ou de DAP, le pré-neutralisateur est pauvre en ammoniac. Les réactions nécessaires pour produire le phosphate d'ammonium ont lieu dans le granulateur 9. L'ammoniac injecté dans le granulateur 9 par l'intermédiaire du diffuseur 11 compense le déficit en ammoniac dans le pré-neutralisateur 1. Une partie de l'ammoniac dispensé par le diffuseur d'ammoniac 11 pourra ne pas réagir. Pour assurer que la quantité appropriée d'ammoniac est envoyée dans le granulateur 9 par l'intermédiaire du diffuseur d'ammoniac 11, le phosphate d'ammonium produit peut être analysé pour déterminer le rapport N/P du produit. Le rapport N/P est reflété dans le pH du produit. Par conséquent, un simple test de pH peut être utilisé pour déterminer le rapport N/P.

[0024] Le premier et le deuxième réservoirs d'acide 3 et 9 doivent être suffisamment bien agités pour dissoudre les micronutriments dans l'acide, si les micronutriments doivent être ajoutés. En plus des micronutriments, une source de sulfate peut être ajoutée à au moins un des deux réservoirs d'acide 3 et 9, comme décrit dans le brevet U.S. N° 6 544 313, qui est fourni ci-joint à titre de référence. Au moins un des deux réservoirs d'acide 3 et 9 a des cloisons pour augmenter l'efficacité du mélange. Les réservoirs d'acide 3 et 9 sont mélangés avec un agitateur de type hélice.

[0025] Bien qu'il soit possible d'utiliser différentes température, il peut être souhaitable que les réservoirs d'acide 3 et 9 soient chauffés à une température associée à la température de réaction du pré-neutralisateur 1 et/ou du réacteur tubulaire 7. Les températures élevées favorisent également la dissolution des micronutriments. La température des réservoirs d'acide 3 et 9 pourra se situer dans une plage allant de 140 à 260 °F (60 à 127 °C), plus particulièrement de 175 à 225 °F (79 à 107 °C), et encore plus particulièrement de 195 à 205 °F (91 à 96 °C). Ces températures pourront approximer la température du pré-neutralisateur.

[0026] La réaction qui produit du phosphate d'ammonium est une réaction exothermique. Si du NH_3 est utilisé dans son état naturel gazeux à une température supérieure ou égale à la température ambiante, une violente réaction entre le NH_3 gazeux et le H_3PO_4 aura lieu. Par conséquent, il est suggéré d'utiliser du NH_3 liquide, qui nécessite de la chaleur pour se vaporiser en NH_3 gazeux et participe ainsi à l'élimination d'une partie de la chaleur du système. L'utilisation de NH_3 liquide est particulièrement utile dans le réacteur tubulaire 7, où la température peut se situer dans la plage d'environ 220 à 380 °F (104 à 193 °C). Lorsqu'il est ajouté au pré-neutralisateur 1, le NH_3 commence la réaction exothermique avec le H_3PO_4 , faisant ainsi monter la température au-dessus de la température de l'acide. L'augmentation de température dépend de la quantité d'ammoniac ajoutée. Par exemple, la température dans le pré-neutralisateur peut être de 200 à 275 °F (93 à 135 °C), et plus particulièrement de 225 à 250 °F (107 à 121 °C).

[0027] Les réservoirs d'acide sont chauffés par des moyens conventionnels, tels qu'une chemise de vapeur. En plus de la chaleur fournie de cette manière, si des micronutriments sont ajoutés au réservoir d'acide, il peut y avoir une réaction exothermique avec l'acide phosphorique. Par exemple, lorsque de l'oxyde de zinc est ajouté en tant que nutriment, la chaleur produite par la réaction avec l'acide phosphorique peut augmenter la température dans le réservoir d'acide de 5 à 35 °F (3 à 19 °C), plus particulièrement de 10 à 30 °F (6 à 17 °C) et encore plus particulièrement de 15 à 25 °F (8 à 14 °C). Par conséquent, l'ajout de micronutriments peut réduire l'énergie requise pour chauffer le(s) réservoir(s) d'acide.

[0028] La figure 2 est une vue schématique d'un réacteur tubulaire illustré dans la figure 1. Le réacteur tubulaire a un tube intérieur 71 et un tube extérieur 73. Il y a deux entrées au tube intérieur 71. De l'ammoniac liquide est introduit au travers d'un premier orifice 711, et de la vapeur est introduite au travers d'un deuxième orifice 712. Le tube intérieur 71 a une évacuation 713 située en aval dans le réacteur tubulaire. Le tube intérieur 71 peut occuper de 1 à 25 % de la longueur du tube extérieur 73. Plus particulièrement, le tube intérieur 71 peut occuper de 3 à 17 %, et encore plus particulièrement, de 8 à 12 % de la longueur du tube extérieur 73. En introduisant de la vapeur avec l'ammoniac, il est possible d'éviter d'engorger le réacteur tubulaire. Comme mentionné ci-dessus, la réaction exothermique dans le réacteur tubulaire 7 se propage à une vitesse élevée, produisant ainsi de grandes quantités de phosphate d'ammonium au cours d'une période relativement courte, causant éventuellement des problèmes d'« engorgement » ou d'« étouffement » du réacteur tubulaire 7.

[0029] Le tube extérieur 73 est alimenté en acide phosphorique par une arrivée 731 et alimenté en eau d'épuration par une arrivée 733. À l'extrémité d'évacuation 713 du tube intérieur 71, l'acide phosphorique réagit avec l'ammoniac liquide. L'eau d'épuration joue le rôle de liquide de refroidissement pour contrôler la température du réacteur tubulaire. Le numéro de référence 75 représente deux plaques, qui scellent le tube intérieur 71 au tube extérieur 73. Les plaques 75 garantissent qu'il n'y ait aucune évacuation de phosphate d'ammonium à l'extrémité amont du réacteur tubulaire. En face des plaques 75, le réacteur tubulaire a une sortie 77. La sortie 77 a un diamètre réduit par rapport au tube extérieur 73. Ce diamètre réduit maintient le réacteur tubulaire à une pression élevée, afin que la réaction se produise rapidement et violemment et que les produits soient évacués. Le diamètre de la sortie 77 du réacteur tubulaire 73 peut être réduit à 10 à 50 %, et plus particulièrement à 15 à 44 %, du diamètre du tube extérieur 73. Un coude 79 peut être fourni à la sortie 77 pour diriger le phosphate d'ammonium en fusion sur le lit tournant du granulateur 9. Spécifiquement, le coude 79 peut diriger le phosphate d'ammonium en fusion sur les fines recyclées.

[0030] Le réacteur tubulaire peut fonctionner à une température comprise dans la plage de 220 à 380 °F (104 à 193 °C), plus particulièrement de 250 à 350 °F (121 à 177 °C), et encore plus particulièrement de 290 à 310 °F (143 à 154 °C). Si le réacteur tubulaire s'engorgeait et s'étouffait, la température pourrait augmenter de centaines de degrés en quelques secondes. Par conséquent, il est nécessaire d'assurer que le réacteur tubulaire ne s'étouffe pas, et divers thermocouples 78 sont fournis dans ce but. Compte tenu de la température élevée, la majeure partie de l'eau provenant des entrées 733 et 712 sort sous forme de vapeur. Lorsque le phosphate d'ammonium en fusion sort du coude 79, il subit une chute de température considérable qui entraîne la solidification du phosphate d'ammonium en fusion au moment de son évacuation.

[0031] La figure 3 est une vue en coupe transversale d'un granulateur illustré dans la figure 1A. Le granulateur 9 a la forme d'un tambour rotatif muni de parois extérieures 901. Lorsque le tambour tourne, un lit de phosphate d'ammonium remonte partiellement le long d'une des parois à l'intérieur du granulateur 9. Le numéro de référence 903 représente la surface supérieure du lit de phosphate d'ammonium sur la paroi. La gravité, aidée par une barre racleuse 905 animée d'un lent mouvement et munie des lames racleuses 907, suffit à empêcher le phosphate d'ammonium d'atteindre les parois supérieures du granulateur. Une série de ces lames racleuses 907 est montée sur la barre racleuse 905, raclant toute

accumulation sur les parois du granulateur tandis que la barre racleuse 905 se déplace lentement d'avant en arrière au sein du corps du granulateur. Le granulateur a plusieurs entrées. Les fines recyclées 13 sont acheminées dans le granulateur 9 par l'intermédiaire d'un transporteur 909. Si souhaité, du soufre peut être introduit par le conduit 911. La sortie du conduit 911 se trouve en aval du point d'introduction des fines recyclées 13. Le numéro de référence 7 représente le réacteur tubulaire, qui alimente le granulateur 9 en aval à la fois de la source de fines recyclées 909 et de la source de soufre 911. Du phosphate d'ammonium provenant du pré-neutralisateur est introduit par l'intermédiaire d'un conduit 915, qui peut se trouver en aval par rapport au réacteur tubulaire 7.

[0032] De l'ammoniac est ajouté sous forme gazeuse au granulateur 9 par le biais du diffuseur d'ammoniac 11. Le diffuseur d'ammoniac 11 est muni de plusieurs orifices au travers desquels se dégage l'ammoniac, et il est situé en dessous du lit tournant de phosphate d'ammonium. Une collerette est fournie à une extrémité d'entrée 917 du granulateur. Une collerette est également fournie à une extrémité de sortie 919 du granulateur. Pour s'assurer que le produit sort par l'extrémité de sortie de 919 (et pas par l'extrémité d'entrée 917), la collerette qui se trouve à la sortie 919 est plus étroite que la collerette qui se trouve à l'entrée 917. Ainsi, l'élévation à la sortie 919 est réduite.

[0033] En ajoutant un ou plusieurs micronutriments conformément à la méthode décrite ci-dessus, on obtient un engrais qui contient le(s) micronutriment(s) à raison de 0,01 % à 5 % (en poids), plus particulièrement de 0,1 à 3 % (en poids), et encore plus particulièrement de 0,1 à 1,5 % (en poids). Avec le processus décrit ci-dessus, les micronutriments sont distribués uniformément dans l'engrais, de telle sorte qu'une petite quantité du micronutriment peut être administrée aux plantes fertilisées.

EXEMPLES

[0034] Deux tests ont été effectués pour déterminer si des micronutriments pouvaient être introduits dans l'engrais à l'aide d'un réacteur tubulaire. Les deux tests ont examiné une formulation de MAP avec une teneur en zinc d'environ 1 % (en poids), dans laquelle la totalité du zinc (fourni sous la forme d'oxyde de zinc (ZnO)) était dissoute dans l'acide phosphorique acheminé vers le réacteur tubulaire. Il faut noter que des composés de zinc autres que du ZnO peuvent être utilisés en tant que source de zinc. Pour le réacteur tubulaire, du tube en Hastelloy C de trois quarts de pouce a été utilisé. Le tube extérieur avait une longueur de 84 pouces (2,13 m). Le tube intérieur était constitué d'un tube en Hastelloy C

d'un quart de pouce. La sortie du tube intérieur se trouvait à 9 pouces (23 cm) de l'entrée du réacteur tubulaire. À la sortie du réacteur tubulaire, un coude de 1/8^{ème} de pouce (3,2 mm) était fourni.

[0035] Dans le premier test, du soufre a été ajouté à la fois sous forme de soufre élémentaire et de sulfate. Il n'a pas été ajouté de soufre lors du deuxième test. L'orifice de 1/8^{ème} de pouce (3,2 mm) dans le tube en Hastelloy C fournissait un flux suffisant à l'extrémité d'évacuation et permettait d'obtenir un bon profil de pulvérisation. Aussi bien dans le premier que dans le deuxième test, deux tiers de l'acide phosphorique ajouté a été acheminé vers le réacteur tubulaire, où il a subi une réaction partielle avec de l'ammoniac anhydre. Le troisième tiers d'acide phosphorique a été partiellement neutralisé avec de l'ammoniac anhydre dans un réacteur pré-neutralisateur. Le diffuseur d'ammoniac situé sous le lit dans le granulateur a été utilisé pour fournir un complément d'ammoniac et produire un rapport molaire N/P de 1/1 à la sortie du granulateur. Dans les deux cas, le réacteur tubulaire a très bien fonctionné, permettant l'ammoniation partielle de la majeure partie de l'acide phosphorique avant sa pulvérisation dans le granulateur.

[0036] Pour le premier test, dans lequel du soufre a été ajouté, la dissolution de sulfate d'ammonium (la source de sulfate) et de ZnO dans le réservoir d'acide pour le réacteur tubulaire n'a eu aucun effet significatif sur les performances du réacteur tubulaire. La chaleur au sein du réacteur tubulaire a été contrôlée en refroidissant avec de la vapeur à faible pression. Pour le deuxième test, seul du ZnO a été ajouté dans le réservoir d'acide alimentant le réacteur tubulaire. Le ZnO n'a eu aucun effet significatif sur les performances du réacteur tubulaire. La température du réacteur tubulaire était contrôlée avec de l'eau d'épuration. Pour le deuxième test, le MAP sortait à une température d'environ 350 °F (177 °C).

[0037] Les produits obtenus lors du premier et du deuxième tests ont été analysés, et les résultats sont indiqués ci-dessous.

	Analyses standard, %			Teneurs en soufre, %			Teneurs en zinc, %			
	N tot.	PAT	PAD	SO ₄ -S	S ⁰	S tot.	Total	S/eau	S/cit	Disp.
Test 1	10,3	45,8	43,6	3,5	4,5	8,0	1,20	0,30	0,82	1,12
Test 2	9,9	52,5	50,7	0	0	0	1,20	0,20	0,97	1,17

[0038] Les trois premières colonnes du tableau, correspondant aux analyses standard, indiquent respectivement la quantité totale d'azote (N tot.), la quantité totale de P₂O₅ (PAT) et

la quantité de P_2O_5 disponible (PAD). Pour le premier test, il a été déterminé que l'engrais contenait 3,5 % (en poids) de soufre sous forme de sulfate (SO_4-S) et 4,5 % (en poids) de soufre élémentaire (S^0), soit une teneur totale en soufre (S tot.) de 8,0 % (en poids). En ce qui concerne le micronutriment zinc, l'engrais avait une teneur totale en zinc de 1,20 % (en poids). De ce total de 1,20 % (en poids), 0,30 % (en poids) était soluble dans l'eau (S/eau) et 0,82 % (en poids) était soluble dans du citrate (S/cit). Par conséquent, du total de 1,2 % (en poids) ajouté, 1,12 % (en poids) (Disp.) était sous une forme disponible pour la nutrition des plantes. Pour le deuxième test, l'engrais avait à nouveau une teneur en zinc de 1,20 % (en poids). De ce total de 1,20 % (en poids), 0,20 % (en poids) était soluble dans l'eau et 0,97 % (en poids) était soluble dans du citrate. Avec 1,17 % (en poids) (Disp.) du zinc disponible pour la nutrition des plantes, il a été déterminé que le réacteur tubulaire est une option viable pour administrer des micronutriments.

[0039] L'invention a été décrite en détail en faisant particulièrement référence à des modes d'application privilégiés de celle-ci et à des exemples, mais il est bien entendu que des variations et modifications peuvent être effectuées sans sortir de l'esprit ou du domaine d'application de l'invention.

REVENDEICATIONS

1. Une méthode de production d'un engrais phosphaté, consistant à :
 - ajouter un micronutriment solide à de l'acide phosphorique dans un réacteur chauffé et agité pour dissoudre le micronutriment et produire un acide enrichi ;
 - ajouter l'acide enrichi et de l'ammoniac liquide dans un réacteur tubulaire ;
 - laisser l'acide enrichi et l'ammoniac réagir pour produire une première fraction du phosphate ;
 - combiner de l'ammoniac gazeux et de l'acide phosphorique dans un pré-neutralisateur pour produire une deuxième fraction du phosphate, l'ammoniac et l'acide phosphorique étant combinés dans le pré-neutralisateur selon un rapport ammoniac/acide phosphorique inférieur au rapport ammoniac/acide phosphorique utilisé pour le réacteur tubulaire, de sorte que le phosphate produit dans le pré-neutralisateur ait une solubilité dans l'eau, à une température donnée, inférieure à la solubilité dans l'eau de la première fraction du phosphate ;
 - acheminer les deux fractions du phosphate vers un granulateur ; et
 - ajouter de l'ammoniac dans le granulateur pour achever la formation du phosphate.

2. Une méthode de production d'un engrais phosphaté, consistant à :
 - ajouter un micronutriment solide à de l'acide phosphorique dans un réacteur chauffé et agité pour dissoudre le micronutriment et produire un acide enrichi ;
 - ajouter l'acide enrichi et de l'ammoniac liquide dans un réacteur tubulaire ; et
 - laisser l'acide enrichi et l'ammoniac réagir pour produire du phosphate d'ammonium.

3. La méthode de la revendication 2, dans laquelle une première fraction du phosphate est produite dans le réacteur tubulaire, la méthode consistant en outre à :
 - combiner de l'ammoniac et de l'acide phosphorique dans un pré-neutralisateur pour produire une deuxième fraction du phosphate ;
 - ajouter un micronutriment à l'acide phosphorique avant que l'acide phosphorique soit combiné à l'ammoniac dans le pré-neutralisateur ; et
 - acheminer les deux fractions du phosphate vers un granulateur.

4. La méthode de la revendication 2, dans laquelle plusieurs micronutriments sont ajoutés.

5. La méthode de la revendication 2, dans laquelle le micronutriment est au moins un élément sélectionné à partir du groupe comprenant le zinc, le manganèse, le fer, le cuivre, le molybdène, le bore, le chlore, le cobalt et le sodium.

6. La méthode de la revendication 2, dans laquelle le micronutriment est ajouté à l'acide phosphorique dans un réacteur agité.

7. La méthode de la revendication 6, dans laquelle le réacteur agité est chauffé.

8. La méthode de la revendication 6, dans laquelle le micronutriment est ajouté sous forme d'un composé solide qui se dissout dans l'acide phosphorique.

9. La méthode de la revendication 6, dans laquelle le micronutriment est de l'oxyde de zinc.

10. La méthode de la revendication 2, dans laquelle l'engrais phosphaté contient 0,1 % à 5 % (en poids) du micronutriment.

11. La méthode de la revendication 2, dans laquelle le réacteur tubulaire a une sortie dont le diamètre interne est réduit à 10 à 50 % du diamètre interne du réacteur tubulaire.

12. La méthode de la revendication 2, dans laquelle le réacteur tubulaire comprend un tube intérieur et un tube extérieur concentriques, de l'ammoniac est ajouté dans le tube intérieur, et de l'acide phosphorique est ajouté dans le tube extérieur.

13. La méthode de la revendication 12, dans laquelle de la vapeur est ajoutée dans le tube intérieur, et de l'eau est ajoutée dans le tube extérieur.

14. La méthode de la revendication 12, dans laquelle le tube intérieur occupe 1 à 25 % de la longueur du tube extérieur.

15. La méthode de la revendication 2, dans laquelle une première fraction du phosphate est produite dans le réacteur tubulaire, la méthode consistant en outre à :
- combiner de l'ammoniac gazeux et de l'acide phosphorique dans un pré-neutralisateur pour produire une deuxième fraction du phosphate ; et
 - acheminer les deux fractions du phosphate vers un granulateur.
16. La méthode de la revendication 15, dans laquelle 33 à 99 % (en poids) du phosphate est produit dans le réacteur tubulaire.
17. La méthode de la revendication 15, dans laquelle de l'ammoniac est ajouté dans le réacteur tubulaire en tant que liquide, et de l'ammoniac est ajouté dans le pré-neutralisateur en tant que gaz.
18. La méthode de la revendication 15, dans laquelle l'ammoniac et l'acide phosphorique ont dans le pré-neutralisateur un temps de contact de 5 à 55 minutes.
19. La méthode de la revendication 15, dans laquelle de l'ammoniac est ajouté au granulateur pour achever la formation du phosphate.
20. La méthode de la revendication 19, dans laquelle de l'ammoniac et de l'acide phosphorique sont envoyés dans le pré-neutralisateur selon un rapport ammoniac/acide phosphorique inférieur au rapport ammoniac/acide phosphorique utilisé pour le réacteur tubulaire, et le phosphate produit dans le pré-neutralisateur a une solubilité dans l'eau, à une température donnée, supérieure à celle du phosphate produit dans le réacteur tubulaire.
21. La méthode de la revendication 19, dans laquelle le phosphate produit dans le pré-neutralisateur est injecté dans le granulateur en aval d'une sortie de phosphate du réacteur tubulaire.
22. La méthode de la revendication 21, dans laquelle une partie du phosphate sortant du granulateur est recyclée vers le granulateur, et

le phosphate recyclé est introduit en amont de la sortie de phosphate du réacteur tubulaire et de l'endroit où le phosphate produit dans le pré-neutralisateur est injecté dans le granulateur.

23. La méthode de la revendication 19, dans laquelle du phosphate granulé sort du granulateur, une partie du phosphate granulé sortant du granulateur est recyclée vers le granulateur.

24. La méthode de la revendication 23, dans laquelle le phosphate granulé sortant du granulateur est séché, puis séparé en fonction de la taille des particules.

25. La méthode de la revendication 24, dans laquelle les particules de dimension insuffisante sont recyclées vers le granulateur, et les particules surdimensionnées sont concassées, puis recyclées vers le granulateur.

26. Une méthode de production d'un engrais phosphaté, consistant à :
produire une première fraction du phosphate dans un réacteur tubulaire ;
produire une deuxième fraction du phosphate dans un pré-neutralisateur ;
acheminer les deux fractions du phosphate vers un granulateur ; et
ajouter de l'ammoniac au granulateur pour réagir avec les deux fractions du phosphate.

27. La méthode de la revendication 26, dans laquelle la deuxième fraction constitue de 22 % à 38 % (en poids) de l'engrais phosphaté, le reste étant produit dans le réacteur tubulaire et le granulateur.

28. La méthode de la revendication 26, dans laquelle la première fraction constitue de 62 % à 72 % (en poids) de l'engrais phosphaté, le reste étant produit dans le réacteur tubulaire et le granulateur.

29. La méthode de la revendication 26, dans laquelle la première et la deuxième fractions du phosphate sont produites en faisant réagir de l'ammoniac avec de l'acide phosphorique,

un rapport optimal entre l'ammoniac et l'acide phosphorique permet d'obtenir un produit désiré,

l'ammoniac et l'acide phosphorique sont acheminés vers le pré-neutralisateur avec un déficit en ammoniac et un rapport entre ammoniac et acide phosphorique inférieur au rapport optimal, et

l'ammoniac ajouté au granulateur compense le déficit en ammoniac.

30. La méthode de la revendication 29, dans laquelle de l'ammoniac et de l'acide phosphorique sont amenés dans le réacteur tubulaire pratiquement selon le rapport optimal.

31. La méthode de la revendication 29, dans laquelle la deuxième fraction du phosphate a une solubilité dans l'eau, à une température donnée, qui est supérieure à la solubilité dans l'eau du phosphate produit en utilisant le rapport optimal.

32. La méthode de la revendication 29, dans laquelle la première fraction du phosphate est produite par un procédé consistant à :

ajouter un micronutriment à de l'acide phosphorique pour produire un acide enrichi ;

ajouter l'acide enrichi et de l'ammoniac dans un réacteur tubulaire ; et

laisser l'acide enrichi et l'ammoniac réagir pour produire la première fraction du phosphate.

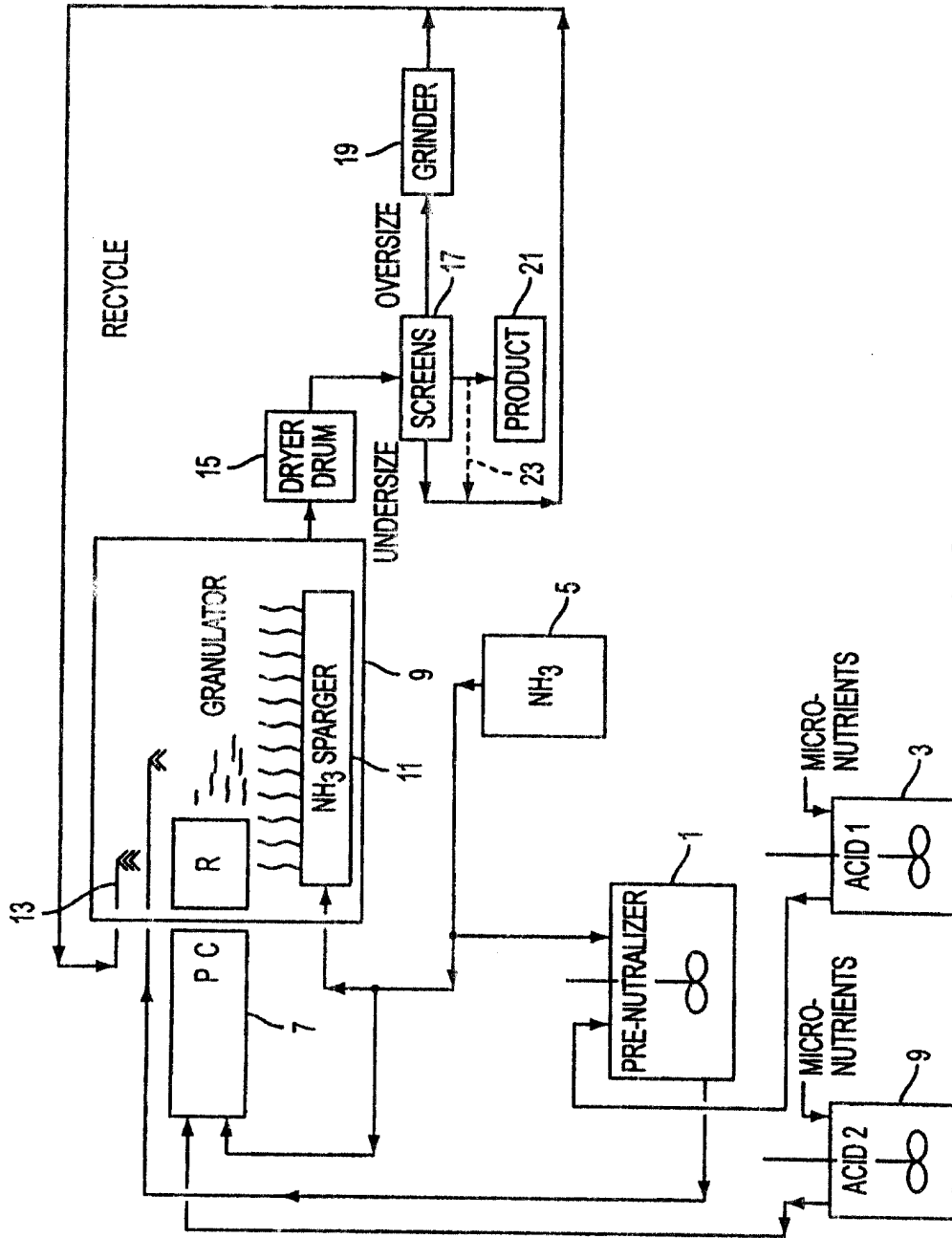


FIG. 1A

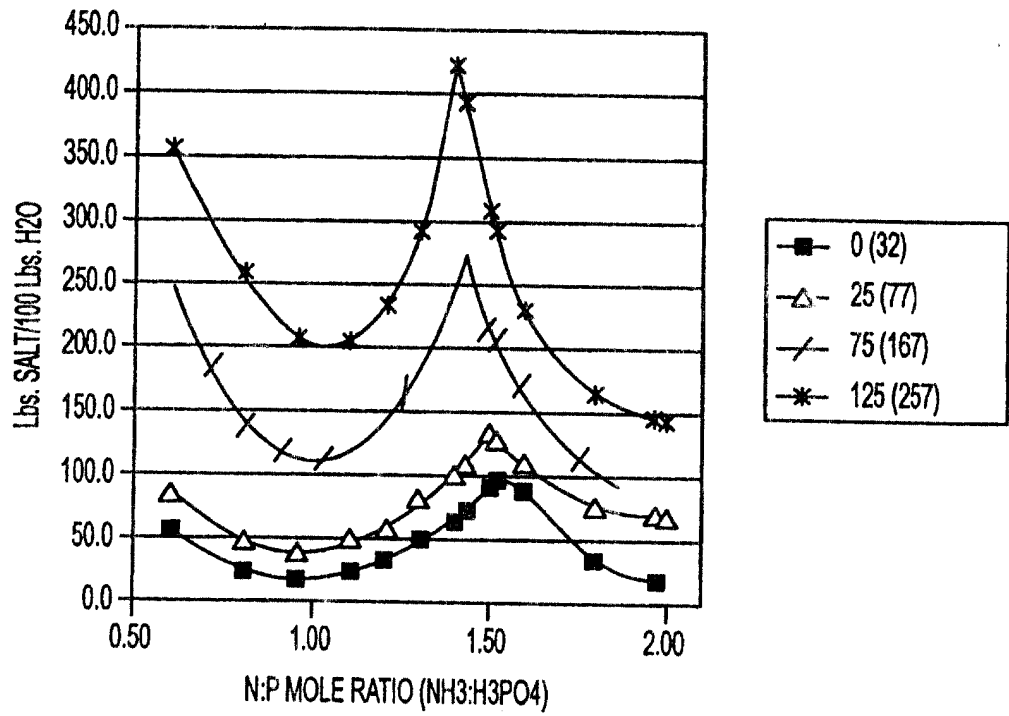


FIG. 1B

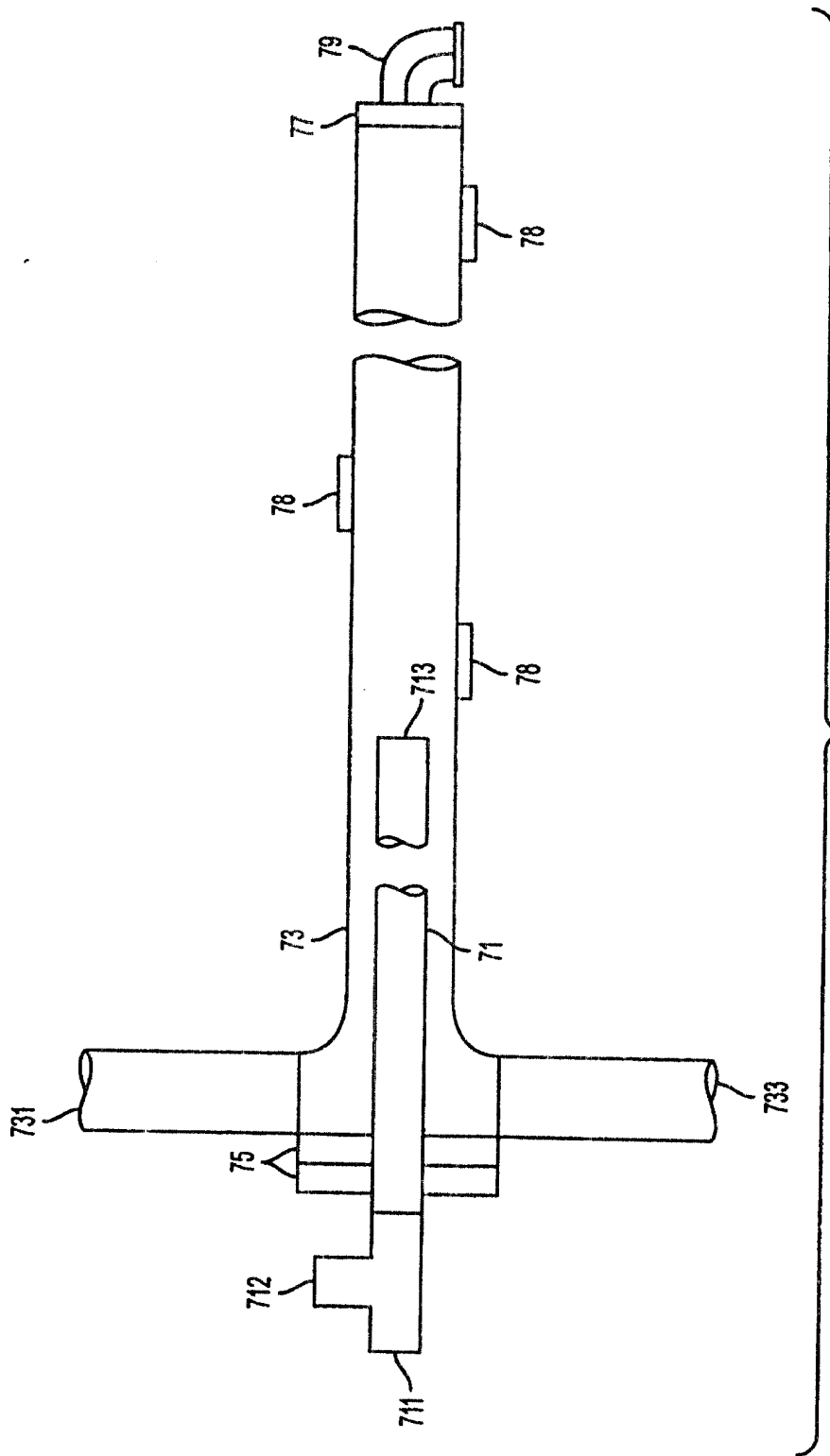


FIG. 2

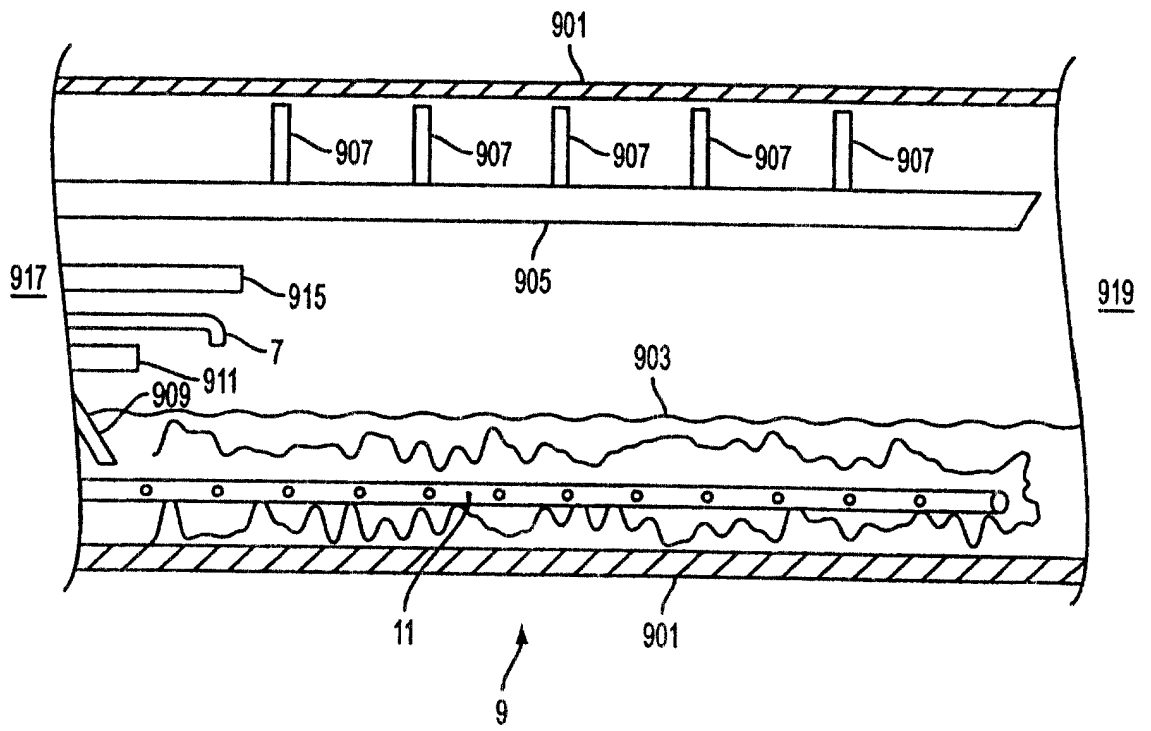


FIG. 3