



(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication :
MA 35037 B1

(51) Cl. internationale :
**C05B 1/00; C05D 9/02;
C05F 7/00**

(43) Date de publication :
03.04.2014

(21) N° Dépôt :
36324

(22) Date de Dépôt :
10.10.2013

(30) Données de Priorité :
24.03.2011 US 61/467,001

(86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT :
PCT/US2012/030311 23.03.2012

(71) Demandeur(s) :
• **KUCERA, Paul, C/O THE MOSAIC COMPANY 3033 CAMPUS DRIVE, SUITE E490 PLYMOUTH Suite E490 Plymouth, MN 55441 MINNESOTA 55441 (US)**
• **SAWYER, W., Gregory, C/O THE MOSAIC COMPANY 3033 CAMPUS DRIVE, SUITE E490 PLYMOUTH Plymouth, MN 55441 MINNESOTA 55441 (US)**

(72) Inventeur(s) :
KUCERA, Paul ; SAWYER, W., Gregory

(74) Mandataire :
SABA & CO

(54) Titre : **COMPOSITION D'ENGRAIS COMPRENANT UNE MATIÈRE FIBREUSE POUR INTÉGRITÉ DE PARTICULE AMÉLIORÉE**

(57) Abrégé : L'invention concerne des granulés d'engrais et des procédés de fabrication de ceux-ci. Les granulés d'engrais sont formés à partir d'une composition d'engrais, telle qu'un engrais à base de phosphate, comprenant une matière fibreuse dans le but d'augmenter la résistance des granulés, empêchant ou réduisant l'attrition ou la formation de poussière pendant le stockage, le transport et/ou la manipulation de l'engrais. La formation de poussière peut être réduite de cinquante pour cent ou plus. La composition d'engrais de base peut comprendre un engrais à base de phosphate, tel que le phosphate de monoammonium (MAP) ou le phosphate diammonique (DAP), et, éventuellement, un ou plusieurs micronutriments ou nutriments secondaires, tels que du soufre élémentaire. La matière fibreuse est une pâte ou des boues de papier, par exemple.

ABREGE

COMPOSITION D'ENGRAIS COMPRENANT UNE MATIÈRE FIBREUSE POUR
INTÉGRITÉ DE PARTICULE AMÉLIORÉE

5

L'invention concerne des granulés d'engrais et des procédés de fabrication de ceux-ci. Les granulés d'engrais sont formés à partir d'une composition d'engrais, telle qu'un engrais à base de phosphate, comprenant une matière fibreuse dans le but d'augmenter la résistance des granulés, empêchant ou réduisant l'attrition ou la formation de poussière pendant le stockage, le transport et/ou la manipulation de l'engrais. La formation de poussière peut être réduite de cinquante pour cent ou plus. La composition d'engrais de base peut comprendre un engrais à base de phosphate, tel que le phosphate de monoammonium (MAP) ou le phosphate diammonique (DAP), et, éventuellement, un ou plusieurs micronutriments ou nutriments secondaires, tels que du soufre élémentaire. La matière fibreuse est une pâte ou des boues de papier, par exemple.

10

(VINGT PAGES)

Paul Kucera and W. Gregory Sawyer
P. P. SABA & CO., Casablanca

COMPOSITION D'ENGRAIS COMPRENANT UNE MATIÈRE FIBREUSE POUR
INTÉGRITÉ DE PARTICULE AMÉLIORÉE

5

APPLICATION CONNEXES

La présente demande revendique le bénéfice de la demande provisoire US N° 61/467,001 intitulée "composition d'engrais comprenant une matière fibreuse pour intégrité de particule améliorée" déposée le 24 mars, 2011, qui est incorporée par référence dans son intégralité.

10

DOMAINE DE L'INVENTION

L'invention concerne de manière générale des compositions d'engrais. Plus particulièrement, l'invention se rapporte à une composition d'engrais comportant une matière fibreuse pour augmenter la résistance des granulés et à réduire l'attrition ou la formation de poussière pendant le stockage et la manipulation.

15

CONTEXTE DE L'INVENTION

Des procédés pour la fabrication d'engrais en particules par la granulation, le compactage, ou d'autres techniques, sont bien connus. Les engrais résultants contiennent souvent un niveau indésirable de particules suffisamment fines pour devenir de la poussière en suspension. Cette poussière est produite lors de la fabrication, le stockage et le transport des particules d'engrais de l'abrasion mécanique rencontrée pendant le mouvement des particules d'engrais, les réactions chimiques continues ou les processus de durcissement après la formation initiale des particules, la mesure de la migration de l'humidité à travers l'engrais pendant le stockage, et / ou les conditions de température et d'humidité lors de la manipulation et du stockage.

20

25

La poussière d'engrais peut poser des problèmes au niveau de la sécurité, la santé et / ou l'environnement. Par exemple, l'inhalation de certaines poussières d'engrais peut poser des problèmes de santé. Elle peut également contribuer potentiellement à la contamination des écosystèmes d'eau de surface. La production ou l'accumulation excessive de poussière dans la fabrication, le stockage et / ou le transport peuvent également être potentiellement dangereuses si elles sont ignorées. La poussière d'engrais peut également être une préoccupation du point de vue économique, lorsque les poussières d'engrais sont aéroportées, car elle mène à des pertes de valeur agronomique et économique.

Des tentatives ont été faites pour réduire ou contrôler la formation de poussière d'engrais au cours du stockage et de la manipulation. Un exemple inclut l'utilisation d'huiles, de cires, de mélanges d'huile et de cire, et d'émulsions à base de ces produits. Par exemple, il a été suggéré que les produits à base de pétrole soient utilisés pour contrôler la poussière d'engrais agricoles. Voir, par exemple, Frick, "Petroleum Based DCA's to Control Fugitive Dust," Proceedings of the Annual Meeting of the Fertilizer Industry Round Table, Series 27, pages 94-96. Cependant, il y a des inconvénients liés à l'utilisation de ces procédés de traitement. Au fil du temps les huiles ont tendance à se volatiliser et / ou être adsorbé dans la particule d'engrais, résultant en une perte ou diminution de l'efficacité. Les cires sont également inefficaces et difficiles à manipuler car ils absorbent dans la particule d'engrais, à des températures supérieures à leur point de fusion et ne se propagent pas ou recouvrir la surface des particules d'engrais à une température inférieure à leur point de fusion. En outre, les deux huiles et de cires ont limité les propriétés de liaison qui sont essentiels pour le contrôle de la poussière d'engrais à long terme.

D'autres procédés proposés de contrôle de la poussière comprennent l'application d'autres liquides tels que des solutions de lignosulfonates, des solutions de mélasse, des solutions d'urée, des mélanges de ces solutions, d'autres solutions d'engrais, des amines, des agents tensioactifs, des polymères et même de l'eau. Voir, par exemple, le brevet US N° 5360465 à Buckholtz et al. et US N° 5328497 à Hazlett. Toutefois, en raison de l'eau présente, les solutions et les émulsions aqueuses peuvent accélérer la formation de poussière d'engrais et exacerber les tendances des particules d'engrais à s'agglomérer. Ces traitements ont également tendance à perdre leurs propriétés de liaison vu que les solutions et les émulsions sèchent, devenant de ce fait inefficaces en tant qu'agents de contrôle de longue durée de la poussière.

Certains engrais disponibles dans le commerce intègrent des micronutriments dans l'engrais de base pour des avantages agronomiques améliorés. Un tel produit est la ligne d'engrais qui incorpore le soufre élémentaire dans une composition de base d'engrais à base de phosphates MicroEssentials®. Cependant, le soufre élémentaire ne colle pas avec la formulation sous-jacente à base d'engrais de phosphate de monoammounium (MAP), et est ainsi sujet à l'attrition et la formation de poussière pendant le stockage et la manipulation de ces granulés d'engrais.

Il reste un besoin pour un granulé d'engrais ayant une intégrité de particules améliorée qui soit efficace et économique à fabriquer, et qui empêche ou réduit la formation de poussière pendant la manipulation et le stockage des granulés.

10

RESUME DE L'INVENTION

Selon des modes de réalisation de l'invention, des granulés d'engrais formés à partir d'une composition d'engrais, tels que les engrais de phosphate, incluent une matière fibreuse dans le but d'augmenter la résistance des granulés, prévenir ou réduire l'attrition ou la formation de poussière pendant le stockage, le transport et / ou la manipulation de l'engrais. Dans un mode de réalisation, la formation de poussière est réduite de cinquante pour cent ou plus.

La composition d'engrais de base peut comprendre un engrais à base de phosphate, tel que le phosphate de monoammonium (MAP) ou le phosphate diammonique (DAP), et éventuellement un ou plusieurs micronutriments, tels que le zinc, et / ou un ou plusieurs nutriments secondaires, tels que le soufre élémentaire. La matière fibreuse peut comprendre une pâte ou de la boue de papier, par exemple.

Dans un mode de réalisation de l'invention, la matière fibreuse est ajoutée à un procédé de granulation, tels que ceux décrits dans le brevet US N° 7,497,891 et 6,544,313, qui sont tous deux incorporés ici par référence dans leur intégralité, dans la forme d'une suspension pré-neutralisée de telle sorte que la matière fibreuse soit présente dans la composition finale d'engrais en une quantité d'environ 0,01 à environ dix pour cent en poids de la composition d'engrais, et plus particulièrement d'environ 0,5 à environ trois pour cent en poids de la composition d'engrais.

Le résumé de l'invention ci-dessus n'est pas destiné à décrire chaque mode de réalisation illustré ou chaque mise en œuvre de la présente invention. Les figures et la description détaillée qui suivent illustrent plus particulièrement ces modes de réalisation.

5

BREVE DESCRIPTION DES FIGURES

L'invention peut être plus complètement comprise à l'étude de la description détaillée qui suit de plusieurs modes de réalisation de l'invention en liaison avec les figures annexées, dans lesquelles:

10 La figure 1 est une photographie de granulés du produit de base ne contenant pas de matière fibreuse.

La figure 2 est une photographie de granulés du produit de base avec deux pour cent en poids de fibres de papier blanchi.

La figure 3 est une photographie de granulés du produit de base avec deux pour cent en poids de fibres de pâte tamis Brownstock de 0,5 mm.

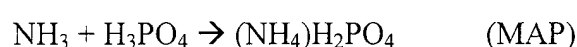
15 La figure 4 est une photographie de granulés du produit de base avec deux pour cent en poids de pâte-peluche tamis CoosAbsorb 9E8 de 0,5 mm.

20 Bien que l'invention se prête à diverses modifications et formes alternatives, des détails de celle-ci ont été montrés à titre d'exemple dans les figures et seront décrits en détail. Il doit être entendu, cependant, que l'intention n'est pas de limiter l'invention aux modes de réalisation particuliers décrits. Au contraire, l'intention est de couvrir toutes les modifications, les équivalents et les variantes tombant dans l'esprit et la portée de l'invention telle que définie par les revendications annexées.

DESCRIPTION DETAILLEE

25 Les granulés d'engrais selon l'une des formes de réalisation de l'invention comprennent généralement une composition de base de l'engrais, des micronutriments ou des nutriments

secondaires facultatifs, et une matière fibreuse. Dans un mode de réalisation de l'invention, la composition de base de l'engrais comprend une composition de phosphate telle que, par exemple, des phosphates d'ammonium, des superphosphates simples, et / ou des superphosphates triples, en combinaison avec un ou plusieurs micronutriments et / ou nutriments secondaires. Dans un mode de réalisation particulier, la composition de base de l'engrais comprend une composition à base d'engrais de phosphate d'ammonium, comme MAP, DAP, ou des combinaisons de ceux-ci. De telles compositions d'engrais de phosphate d'ammonium peuvent être préparées par réaction de l'acide phosphorique (H_3PO_4) avec de l'ammoniac (NH_3) dans une réaction exothermique. Le MAP ou le DAP peut être produit selon les réactions suivantes, en fonction du rapport des deux réactifs:



Les nutriments secondaires peuvent inclure, par exemple, une ou plus de calcium (Ca), soufre (S), et magnésium (Mg). Le(s) nutriment(s) secondaire(s) peuvent être présents en une quantité d'environ 0,1 à environ 50 pour cent en poids de la composition d'engrais, plus particulièrement moins d'environ 20 pour cent en poids, et encore plus particulièrement moins d'environ 10 pour cent en poids.

Les micronutriments peuvent comprendre, par exemple, un ou plus de bore (B), cuivre (Cu), fer (Fe), manganèse (Mn), molybdène (Mo), zinc (Zn), chlore (Cl), cobalt (Co), sodium (Na), et des combinaisons de ceux-ci. Le(s) micronutriments(s) peuvent être présents en une quantité d'environ 0,01 à environ 5 pour cent en poids de la composition d'engrais, plus particulièrement d'environ 0,1 à environ 3 pour cent en poids, et plus particulièrement d'environ 0,1 à environ 1,5 pour cent en poids. Les micronutriments peuvent être uniformément répartis dans l'engrais de telle sorte qu'une petite quantité de micronutriments peut être délivrée de façon uniforme sur les plantes étant fécondées.

Deux exemples de procédés de production d'engrais avec des micronutriments et / ou des nutriments secondaires sont décrits dans le brevet US N° 7,497,891 et 6,544,313, préalablement incorporés par référence dans leur intégralité. Par exemple, un micronutriment peut être ajouté à l'acide phosphorique pour produire un acide enrichi pour être ensuite mis en réaction avec l'ammoniac pour produire le MAP ou le DAP contenant les micronutriments, tels que décrits

dans le brevet US N° 7,497,891. En outre ou en variante, le soufre élémentaire peut être appliqué, par exemple par pulvérisation, sur des particules d'engrais qui sont ensuite revêtues ou pulvérisées avec une suspension contenant l'engrais ou un précurseur de celui-ci, et ensuite durcies pour former des particules contenant du soufre, comme décrit dans le brevet US N° 6,544,313. En outre ou en variante, la composition d'engrais peut comprendre un ou plusieurs sulfates (par exemple du sulfate de calcium, sulfate de magnésium, sulfate d'ammonium, ou des combinaisons de ceux-ci).

Dans des variantes de modes de réalisation de l'invention, la composition d'engrais peut comprendre, par exemple, des nitrates, urées, potasses, ou des combinaisons de celles-ci, avec ou sans engrais à base de phosphate.

La matière fibreuse peut comprendre une matière quelconque d'une variété de matières fibreuses biodégradables, y compris, mais sans s'y limiter, des fibres de cellulose à partir de pâte ou des boues de papier. En plus de la fibre de la pâte ou des boues de papier, ou encore à elles, la matière fibreuse peut comprendre une ou plusieurs fibres végétales telles que la betterave sucrière, la canne à sucre, la pulpe d'agrumes, le grain et / ou la pomme de terre, la farine de bois, le tourbe, le compost de matières organiques, l'engrais, le coton, la paille, les solubles brasseurs condensés, le lignosulfonate, le carbonate de sodium lignine, la mélasse de canne, le sirop de betterave, la mélasse de betteraves, l'amidon de lactosérum, les solubles de soja, les épis de maïs, les balles de riz, les coques d'arachide, la farine de paille de blé moulu, la farine de blé, la farine de soja, les dérivés de cellulose, les liants polymères à base de cellulose, la farine de graine, la farine de plumes, la farine de soja, l'acide humique, les déchets animaux, les boues activées, et les poils hydrolysés d'animaux.

Lorsque la pâte ou la boue de papier est utilisée, elle peut comprendre n'importe quelle pâte ou boue de papier primaire générée par un processus mécanique, semi-chimique de sulfate, de sulfite, désencré, soit seul, soit en combinaison avec une boue secondaire générée par un processus mécanique, semi-chimique de sulfate, de sulfite, désencré. Une boue est particulière est la boue primaire désencrée. La boue primaire désencrée est le matériau de déchets produits par les usines de papier qui utilisent des déchets de papier à la fois pré- et post-consommation, le papier journal et autres papiers comme matière première. Cette boue a une teneur d'environ 40%

à 90% de fibres et environ 10% à 60% de charge (par exemple l'argile de kaolin, les barytes, le carbonate de calcium, le dioxyde de titane, d'autres fibres végétales, etc.)

Un agent de liaison optionnel peut être inclus pour aider à lier la matière fibreuse à la composition de base et / ou les micronutriments ou les nutriments secondaires facultatifs, s'ils sont présents. L'invention est plus amplement détaillée dans la préparation des échantillons et les résultats des tests suivants.

Exemples

L'intégrité des particules d'un engrais de phosphate disponible dans le commerce a été comparée à des compositions d'essai dans lesquelles une matière fibreuse différente a été ajoutée à chaque lot d'essai. La formule de base comprend un engrais MAP contenant du soufre élémentaire, disponible dans le commerce comme MES10 produit par MicroEssential, la brochure du produit et la fiche de données de sécurité (FDS) disponibles sur le site <http://www.microessentials.com/images/dynImages/MES-S10-brochure.pdf>, et sur le site http://www.microessentials.com/images/dynImages/MicroEssentials_S10_2.pdf, respectivement, qui sont tous deux incorporés ici par référence dans leur intégralité. Le produit MES10 comprend la formule $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{S}$, et a une composition comprenant 40% en poids de phosphate en tant que P_2O_5 , 12% en poids d'azote sous forme de N, environ 0,5 à 2% en poids d'eau, environ 5,0% en poids de soufre sous forme de S, environ 5,0% en poids de sulfate d'ammonium en tant que S, et environ 2-4% en poids de fluorures que F, en fonction de la FDS. Le poids moléculaire de la matière pure est de 115,0 MAP, 132,0 de sulfate d'ammonium, et 32,0 de soufre, et le pH est d'environ 4,2 à environ 5,0 dans une solution à 1%, en fonction de la FDS.

Au total, quatre essais ont été effectués en utilisant la formulation de MES10. Le premier essai a été la ligne de base sans addition d'une matière fibreuse. Le deuxième essai a été l'ajout de deux pour cent de poids de fibres de papier blanchi obtenues à partir de l'usine SCA Amérique du Nord située à Barton, AL. Le troisième essai est l'addition de pâte de bois tamis non blanchie Brownstock à deux pour cent en poids de 0,5 mm. Le quatrième essai a été l'ajout de deux pour cent en poids de pâte-peluche tamis CoosAbsorb de 0,5 mm. Les deux matériaux Brownstock et CoosAbsorb étaient des échantillons disponibles de Bowater, maintenant AbitibiBowater.

Exemple 1 – ESSAIS EN LABORATOIRE

Préparation du produit à l'essai

5 Chacune des quatre compositions a été produite en utilisant des conditions pilotes d'usine sur le banc dans un granulateur à plateau. Les produits à tester ont été généralement réalisés en chargeant d'abord un granulateur avec de la poussière de soufre élémentaire et recyclant les fines de MAP, suivi par la distribution d'une suspension préalablement neutralisée (pH – 2,4 à 2,6) composé de sulfate d'ammonium, de matière fibreuse (dans les trois échantillons d'essai), et
10 40% d'acide phosphorique P_2O_5 sur le lit de roulement du granulateur. La matière a ensuite été injectée avec de l'ammoniac anhydre à l'aide d'un disperseur de gaz jusqu'à ce que le pH du produit d'environ 4,2 ait été atteint. Les produits résultants comprennent environ cinq pour cent en poids de soufre élémentaire et environ cinq pour cent en poids de sulfate de soufre dans une formulation à base de MAP. Le produit de référence a également été produit d'une manière
15 similaire, mais sans l'inclusion de la matière fibreuse dans la suspension pré-neutralisée.

Plus particulièrement, environ deux kilos de produit granulaire pour chaque produit d'essai ont été réalisés en deux lots. Le premier lot a utilisé MAP sous la forme de MES10 fourni par MOS Holdings, Inc. en tant que matériau de lit dans la casserole de laboratoire pour simuler le recyclage dans une opération continue. Le niveau de tout additif a été ajusté pour tenir compte de la quantité de MAP utilisée. Le deuxième lot de suspension a été granulé en utilisant la surcote trop petits et la masse du premier lot initial à la place du MAP.

La première étape dans la préparation de chaque série de chaque échantillon d'essai a été l'étape de pré-neutralisation dans laquelle la suspension de pré-neutralisant a été préparée. L'acide P_2O_5 40% a été pesé dans un bécher de 1000 mL. Le bêtecher a été placé sur une plaque chauffante / agitateur. Une barre d'agitation a été placée dans le bêtecher. La chaleur et l'agitation ont été mises en marche. Le sulfate d'ammonium a ensuite été pesé dans un bêtecher. La quantité pré-pesée de sulfate d'ammonium a été ajoutée à l'acide P_2O_5 40% tout en agitant. Le mélange a été chauffé à 200 °C, suivi par un thermocouple de poche muni d'une sonde placée dans le bécher. A 200 °C,

le matière fibreuse a été ajoutée et laissée sous agitation jusqu'à dispersion, à l'exception du produit de base qui ne contenait pas de matière fibreuse.

Une fois la matière fibreuse bien mélangée, le dispositif de dispersion de l'ammoniac a été mis en marche et abaissé dans la solution en utilisant un dispositif de dispersion de 3/8" de tube en acier inoxydable pour un dosage contrôlé de gaz. Le barboteur a été attaché à un cylindre d'ammoniac avec un régulateur et une soupape à pointeau. L'ammoniac a été chargé à la suspension pendant la poursuite de l'agitation. Le pH de la suspension a été vérifié par intermittence en utilisant un paillasse pH-mètre et une sonde jusqu'à ce que le pH de la suspension ait atteint environ 2,4 à 2,5. À ce moment, le dispositif de dispersion de l'ammoniac a été éliminé de la solution et mis hors tension. La solution partiellement ammoniacquée est ensuite transférée dans un granulateur à bac pendant le procédé de granulation décrit ci-dessous.

L'assiette de granulation a été un granulateur casserole de laboratoire de 20 pouces de diamètre et trois pouces de profondeur. Le bac a été incliné 50 degrés à l'horizontale. La vitesse de la turbine est commandée par un moteur de 1/3 HP Baldor avec un dispositif de commande de moteur à vitesse variable.

Dans l'étape de granulation / finale de l'ammoniacque, le MAP ou le terrain surdimensionné et trop petits ont été ajoutés à l'assiette de granulation. Le soufre en poudre a été pesé dans un bûcher et ajouté à l'assiette de granulation. L'assiette de granulation a été activée et le lit a été autorisé pour bien mélanger. La suspension pré-neutralisant préparée ci-dessus a été ensuite versé lentement sur le lit roulant. Le disperseur de l'ammoniac a été mis en marche et placé dans le lit de matériau. Comme le lit a commencé à sécher, le lit a été travaillé en granulés à la main. L'ammoniac a été poursuivi jusqu'à ce que le lit ait été à écoulement libre, après quoi le pH a été vérifié.

Si le pH est supérieur à 4,2, l'injecteur d'ammoniac était retiré du lit et mis hors tension, et s'il était inférieur à 4,2, l'ammoniac était poursuivi et le pH revérifié jusqu'à ce qu'il soit supérieur à 4,2. Une fois le pH supérieur à 4,2, le matériau était retiré de l'assiette de granulation et placé dans un four à convection de laboratoire à 120 °C pour sécher pendant une nuit. Après séchage, il était projeté à la main pour séparer le produit selon la taille, surdimensionné, et trop petit. Les tamis utilisés étaient un maillage 5 Tyler et 9 Tyler. Les granulés de dimensions du produit sont

d'environ 2,0 à 4,0 mm de diamètre. Les granulés de taille du produit pour chaque essai ont été placés dans les sacs d'échantillons étiquetés individuellement.

Résultats

Dans l'essai N° 1, la formulation initiale de MES10 a été granulée dans le granulateur de pan.

- 5 L'étape de pré-neutralisant a marché comme prévu. Lorsque la température a approché 240 °C au cours de l'ammoniac, il y avait formation de mousse à partir de la réaction d'ébullition. Le pH de la suspension pré-neutralisation était d'environ 2,4. Lorsque la suspension pré-neutralisation a été versée sur le lit roulant dans l'assiette de granulation, le lit est devenu humide. Le lit s'était asséché lorsque l'ammoniation finale avait été achevée. Le pH de la matière du lit après
- 10 l'ammoniac final était de 4,2. Les granulés étaient similaires en taille et en apparence à un produit commercial de MES10 produit dans l'usine pilote. L'apparition de granulés individuels est représentée sur la photographie de la figure 1.

- Le premier lot d'essai N°1, préparé en utilisant MAP inclut les composants suivants, préparés comme décrit ci-dessus: 500 grammes MAP; 483 grammes de 40% d'acides P_2O_5 ; 206 grammes
- 15 de sulfate d'ammonium, et 55,5 grammes de soufre élémentaire en poudre. Le deuxième lot comprenait 480 grammes surdimensionnés et trop petits du premier lot; 483 grammes de 40% d'acides P_2O_5 ; 104 grammes de sulfate d'ammonium, et 25 grammes de soufre élémentaire en poudre.

- Dans l'essai N° 2, à environ deux pour cent en poids de fibres de papier blanchi ont été ajoutés à
- 20 la formulation de MES10. Les fibres de papier blanchi étaient disponibles en grandes touffes humides. Les fibres de papier ont été placées dans un robot de cuisine et travaillées en petits morceaux. L'humidité a été vérifiée sur les fibres de papier après le robot de cuisine, qui était d'environ 42,3 pour cent en poids d'eau. Ce niveau d'humidité a été pris en compte dans la formulation pour obtenir environ 2 pour cent en poids des fibres sur une base sèche.

- 25 Lorsque les fibres de papier ont été ajoutées dans l'étape de pré-neutraliseur à 200 °F, il y avait moussage à la partie supérieure du bûcher. Le moussage a continué pendant l'ammoniation du pré-neutralisant. Le pH de la suspension avant neutralisation était d'environ 2,5. Lorsque la suspension de pré-neutralisant a été versée sur le lit de laminage dans l'assiette de granulation, le lit a été mouillé. Le lit s'est asséché lorsque l'ammoniation final a été achevée. Le pH de la

matière du lit après l'ammoniac final était d'environ 5,8. Les granulés résultants étaient similaires en taille et en apparence au produit obtenu dans l'usine pilote. L'apparition de granulés individuels est représentée sur la photographie de la figure 2.

Le premier lot d'essai N° 2, préparé en utilisant MAP inclut les composants suivants, préparés
5 comme décrit ci-dessus: 500 grammes MAP; 470 grammes de 40% d'acide P_2O_5 ; 207,1 grammes de sulfate d'ammonium, 56 g poudre de soufre élémentaire, et 31,4 grammes de fibres de papier blanchi à environ 42,3% d'humidité (environ 18,1 grammes de matière sèche). Le deuxième lot comprenait 510 grammes surdimensionnés et trop petits du premier lot; 470 grammes de 40% d'acide P_2O_5 ; 104 grammes de sulfate d'ammonium; 25 grammes en poudre de soufre
10 élémentaire; 17,4 grammes de fibres de papier blanchi à environ 42.3% d'humidité (10 grammes de base sèche).

Dans l'essai N° 3, environ deux pour cent en poids de fibres de pâte tamis Brownstock de 0,5 mm ont été ajoutés à la formulation de MES10. Il n'y avait aucune formation de mousse lors de l'ajout de Brownstock au pré-neutraliseur à 200 °C. Les fibres avaient l'air de se disperser dans la
15 suspension. Il n'y avait pas non plus de problèmes de moussage au cours du traitement par l'ammoniac dans le pré-neutralisant. Le pH du pré-neutralisant est d'environ 2,4. Lorsque la suspension de pré-neutralisant avait été versée sur le lit de laminage dans l'assiette de granulation, le lit a été mouillé. Le lit s'est asséché lorsque l'ammoniation final a été achevée. Le pH de la matière du lit après l'ammoniac final était de 4,2. Les granulés sont de plus petite taille
20 et plus irréguliers en apparence que les produits fabriqués à l'usine pilote. L'apparition de granules individuels est représentée sur la photographie de la figure 3.

Le premier lot d'essai N° 3, préparé en utilisant MAP inclut les composants suivants, préparés comme décrit ci-dessus : 500 grammes MAP; 470 grammes de 40% d'acide P_2O_5 ; 207,1 grammes de sulfate d'ammonium, 56 g poudre de soufre élémentaire; 18,1 grammes de tamis
25 Brownstock de 0,5 mm. Le deuxième lot comprenait 622 grammes surdimensionnés et trop petits du premier lot; 470 grammes de 40% d'acide P_2O_5 ; 104 grammes de sulfate d'ammonium; 25 grammes de soufre élémentaire en poudre, et 10 grammes de tamis Brownstock de 0,5 mm.

Dans l'essai N° 4, environ deux pour cent en poids de tamis CoosAbsorb 9E8 de 0,5 mm a été ajouté à la formulation de MES10. Il n'y avait aucune formation de mousse lors de l'ajout de

CoosAbsorb au pré-neutraliseur à 200 °C. Les fibres avaient l'air de se disperser dans la suspension. Il n'y avait pas de problèmes de moussage au cours de l'ammoniac dans le pré-neutralisation. Le pH de la suspension avant la neutralisation était d'environ 2,4. Lorsque la suspension de pré-neutralisant a été versée sur le lit de laminage dans l'assiette de granulation, le lit a été mouillé. Le lit s'est asséché lorsque l'ammoniation finale a été achevée. Le pH de la matière du lit après ammoniation final était d'environ 5,5. Les granulés sont de plus petite taille et plus irréguliers en apparence que les produits fabriqués à l'usine pilote.

Le premier lot d'essai N° 4, préparé en utilisant MAP inclut les composants suivants, préparés comme décrit ci-dessus: 500 grammes MAP; 470 grammes de 40% d'acide P_2O_5 ; 207,1 grammes de sulfate d'ammonium, 56 grammes de soufre élémentaire en poudre; 18,1 grammes de tamis CoosAbsorb 9E8 de 0,5 mm. Le deuxième lot comprenait 820 grammes surdimensionnés et trop petits du premier lot; 470 grammes de 40% d'acide P_2O_5 ; 104 grammes de sulfate d'ammonium; 25 grammes de soufre élémentaire en poudre, et 10 grammes de tamis CoosAbsorb 9E8 de 0,5 mm.

15

Exemple 2 - USINE PILOTE

Préparation de l'échantillon

Lors de la préparation de l'usine pilote de MES10, un matériau semblable à l'essai N° 2 a été préparé par l'addition de fibres de papier de telle sorte que la fibre de papier est d'environ deux % en poids du produit final. Le produit a été examiné pour déterminer s'il a fourni une stabilité supplémentaire au produit, pour démontrer les résultats des essais de granulation en bac précédents. En particulier, les déchets de papier de fibres à partir d'une usine de recyclage (49% d'humidité; normalement terre remplie) a été obtenu, broyé avec un broyeur à marteaux, et tamisé pour enlever les matières indésirables, tels que surdimensionnés, pièces d'aiguille, caoutchouc, etc. Ces fibres de papier peuvent réagir violemment avec phosacid, moussant excessivement, ce qui peut à son tour causer des problèmes avec le pompage comprenant la cavitation de la pompe et le branchement des lignes de suspension. Par conséquent, les fibres de papier ont été ajoutées sous forme de boue d'eau dans le granulateur à un endroit proche où la suspension phosacid partiellement ammoniaquée est pulvérisée.

25

En raison de la nature thixotrope de cette fibre de papier, la boue pompable maximale (en utilisant des pompes disponibles dans l'usine pilote) était d'environ 10% en poids sur une base en solides secs. Pour les deux premiers essais, la fibre de papier a été ajoutée sous forme d'une suspension. Des ajustements du processus ont été nécessaires pour ces deux tests parce que l'eau supplémentaire à partir de cette suspension a nettement bouleversé l'équilibre de l'eau de cette petite usine pilote (de vitesse de 400 lb/h), ce qui entraîne une granulation suivie par une surcharge de l'usine surdimensionnée (moulin de la chaîne) avec une défaillance du matériel qui en résulte.

Le talon pour le premier essai était MES10 tandis que le talon pour le deuxième essai était un matériau restant de l'essai précédent pour se rapprocher de plus près d'un équilibre. Pour le deuxième essai, la course a été interrompue à plusieurs reprises en raison de sur-granulation à broyer le produit surdimensionné car l'usine ne pouvait pas faire face à la grande quantité de surdimensionné.

Un troisième essai a examiné l'addition des solides de fibres tels quel, et non pas dans une suspension, directement vers la goulotte de recyclage dans la partie avant du granulateur.

Résultats

Les observations visuelles des essais analytiques pour le soufre élémentaire ont indiqué que, pour les deux premiers tests, dans lesquels la fibre a été ajoutée sous forme de suspension d'eau, la fibre a été incorporée dans le soufre élémentaire de MES10, production d'une couleur gris foncé. Pour la troisième épreuve, à savoir l'ajout direct de la fibre, le soufre élémentaire était de couleur jaune vif d'habitude avec des taches noires, probablement des amas de fibres.

L'addition de fibres sous forme de suspension fournit un résultat préférable, en supposant qu'une capacité de pompage suffisante est disponible. La teneur en fibres peut être augmentée à des concentrations plus élevées avec une capacité de pompage suffisante, par exemple, dans une usine plus grande.

L'évaluation de la production de poussière à long terme avec des cycles de température indique une réduction d'environ 20 à environ 100% à l'aide d'un traitement à base de fibre (sous forme de

suspension) par rapport au matériau de base de MES10, plus particulièrement d'environ 50% ou plus de réduction, et plus particulièrement environ 52% ou plus de réduction.

Personnes ayant des compétences normales dans les arts pertinentes reconnaîtront que l'invention peut comprendre plus ou moins de fonctionnalités que n'importe quel mode de réalisation illustré en particulier décrit ci-dessus. Les modes de réalisation décrits ici ne sont pas destinés à être une présentation exhaustive de la manière dont les différentes caractéristiques de l'invention peuvent être formés ou combinés. En conséquence, les modes de réalisation ne sont pas mutuellement exclusives des combinaisons de caractéristiques, mais plutôt, l'invention peut comprendre une combinaison de différentes caractéristiques individuelles sélectionnées à partir de différents modes de réalisation particuliers, tel qu'il est compris par les personnes de compétence ordinaire dans l'art.

Toute incorporation par renvoi de documents ci-dessus est limitée de telle sorte qu'aucun objet est incorporé qui est contraire à la divulgation explicite ici. Toute incorporation par renvoi de documents ci-dessus est en outre limitée de telle sorte que pas de revendications figurant dans les documents sont intégrés par renvoi dans les présentes. Toute incorporation par renvoi de documents ci-dessus est encore limitée en outre à ce que toutes les définitions fournies dans les documents ne sont pas intégrés par renvoi dans les présentes, sauf si expressément mentionnés ici.

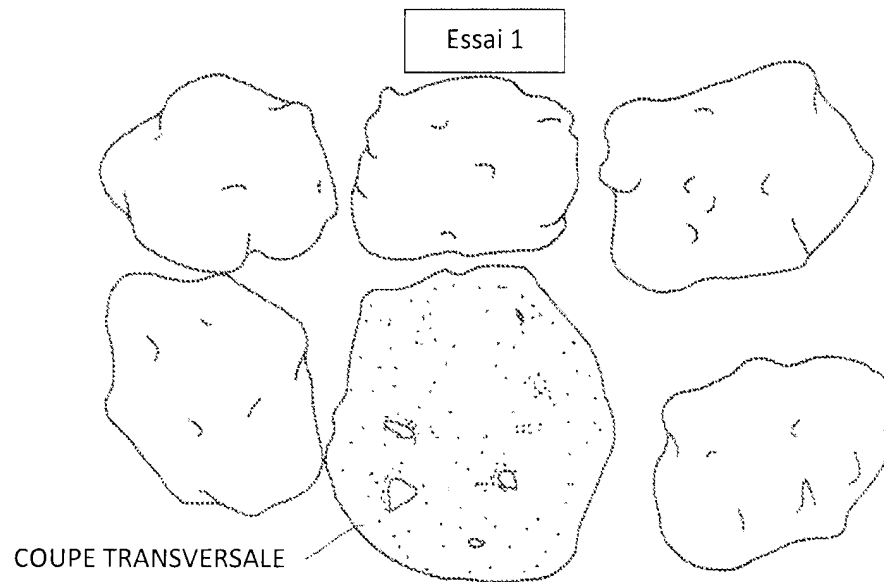
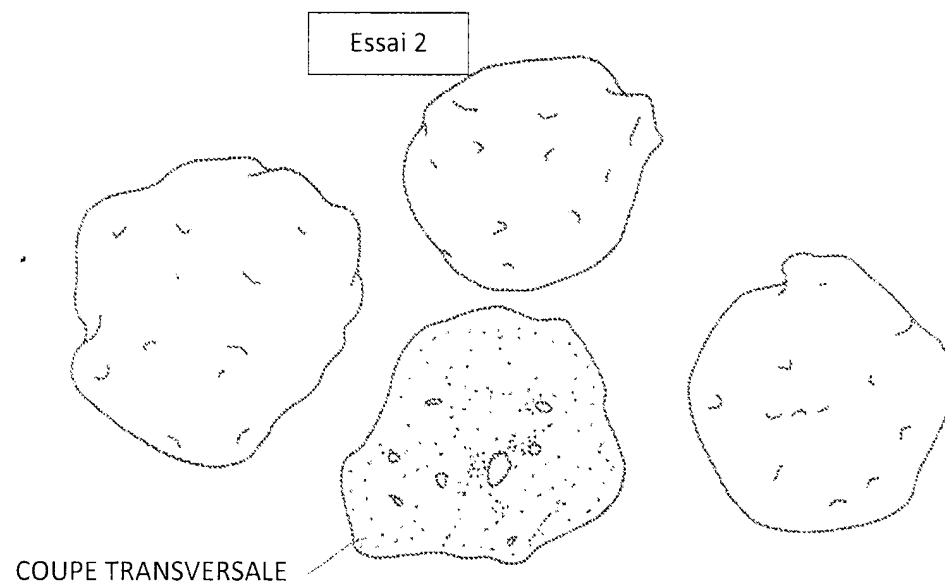
REVENDEICATIONS

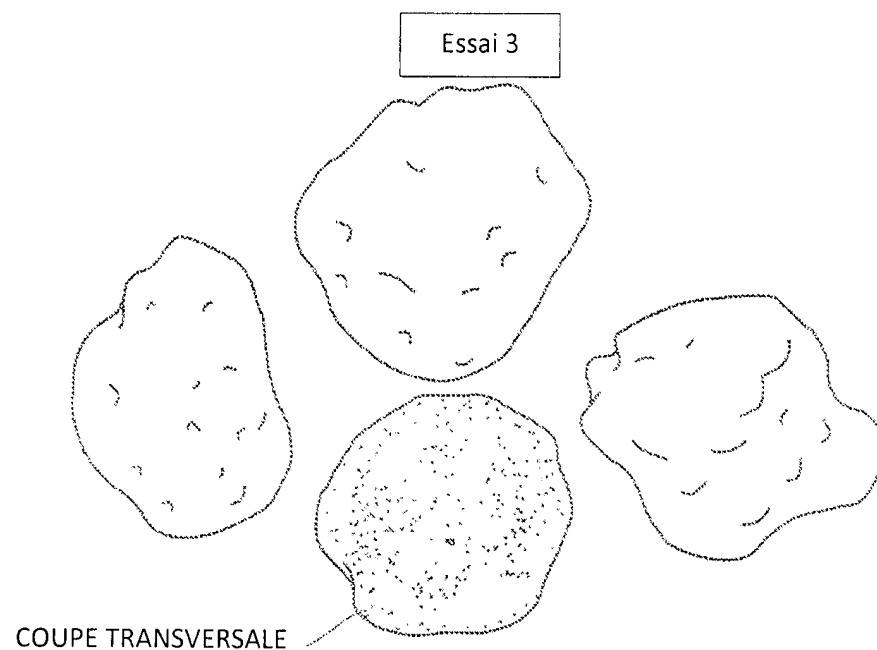
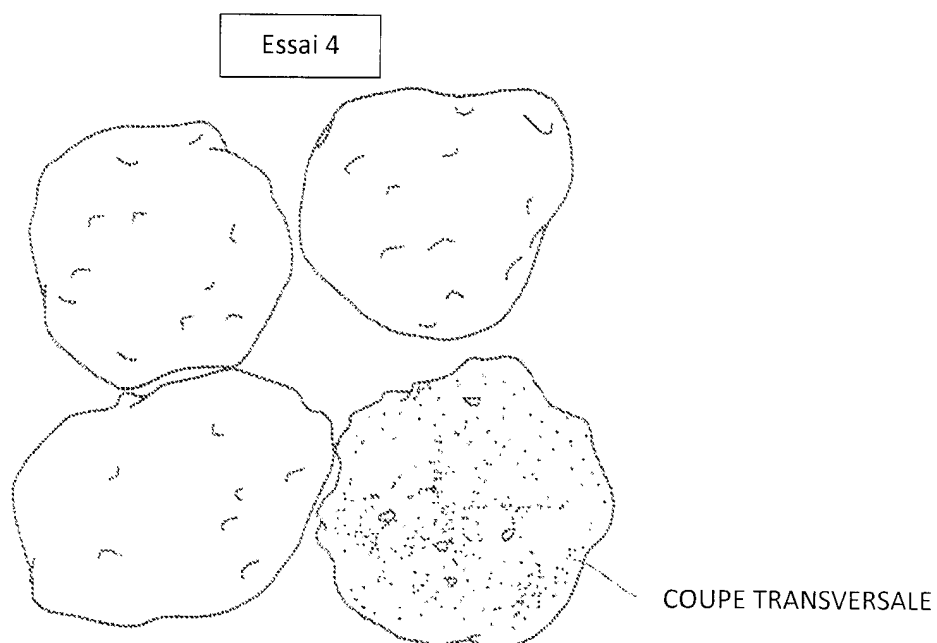
Ce qui est revendiqué est:

1. Une composition d'engrais pour former une pluralité de particules ayant une intégrité de particules améliorée, la composition d'engrais comprenant:
 - 5 une matière à base de phosphate;
 - au moins l'un d'un micronutriments et un nutriment secondaire, et
 - une matière fibreuse.
2. La composition d'engrais selon la revendication 1, dans laquelle la matière de base comprend du sulfate de monoammonium, de sulfate diammonique, ou des combinaisons de ceux-ci.
- 10 3. La composition d'engrais selon la revendication 1, dans laquelle la composition d'engrais comprend un ou plusieurs micronutriments choisis dans le groupe incluant le bore (B), le cuivre (Cu), le fer (Fe), le manganèse (Mn), le molybdène (Mo), le zinc (Zn), le chlore (Cl), le cobalt (Co), le sodium (Na), et des combinaisons de ceux-ci.
4. La composition d'engrais selon la revendication 1, dans laquelle la composition d'engrais
 15 comprend un ou plusieurs nutriments secondaires choisis parmi le groupe comprenant le calcium (Ca), le soufre (S), le magnésium (Mg), et des combinaisons de ceux-ci.
5. La composition d'engrais selon la revendication 4, dans laquelle la composition d'engrais comprend du soufre, et dans laquelle le soufre est disponible en au moins un soufre élémentaire et un sulfate.
- 20 6. La composition d'engrais selon la revendication 1, dans laquelle la pluralité des particules comprend des granulés formés à partir de la granulation de la composition d'engrais.
7. La composition d'engrais selon la revendication 1, dans laquelle le matière fibreuse comprend des fibres cellulosiques de pâte ou de boues de papier, fibres végétales provenant de la betterave à sucre, la canne à sucre, la pulpe d'agrumes, le grain et / ou la pomme de terre, la farine de bois,
 25 le tourbe, le compost de matières organiques, l'engrais, le coton, la paille, les solubles brasseurs condensés, le lignosulfonate, le carbonate de sodium lignine, la mélasse de canne, le sirop de

- betterave, la mélasse de betteraves, l'amidon de lactosérum, les solubles de soja, les épis de maïs, les balles de riz, les coques d'arachide, la farine de paille de blé moulu, la farine de blé, la farine de soja, les dérivés de cellulose, les liants polymères à base de cellulose, la farine de graine, la farine de plumes, la farine de soja, l'acide humique, les déchets animaux, les boues activées, et
- 5 les poils hydrolysés d'animaux, ou des combinaisons de ceux-ci.
8. La composition d'engrais selon la revendication 7, dans laquelle la matière fibreuse comprend des fibres de pâte ou de boues de papier.
9. La composition d'engrais selon la revendication 1, dans laquelle la matière fibreuse est présente en une quantité d'environ 0,1 à environ 10 pour cent en poids de la composition
- 10 d'engrais.
10. La composition d'engrais selon la revendication 1, dans laquelle la matière fibreuse est présente en une quantité d'environ 0,5 à environ 3 pour cent en poids de la composition d'engrais.
11. Procédé de production de granulés d'engrais à base de phosphates, notamment une matière fibreuse pour améliorer l'intégrité des particules, le procédé comprenant:
- 15 la préparation d'une suspension pré-neutralisée comprenant le sulfate d'ammonium, l'acide phosphorique, et une matière fibreuse;
- le chargement de la suspension pré-neutralisée avec de l'ammoniac jusqu'à la production d'une solution partiellement ammoniacuée;
- la mise de la solution partiellement ammoniacuée dans un granulateur, et
- 20 l'ajout de l'ammoniac dans le granulateur pour achever la formation des grains d'engrais à base de phosphates, notamment des matières fibreuses.
12. Le procédé selon la revendication 11, dans lequel le chargement de la suspension pré-neutralisée comprend l'addition d'ammoniac jusqu'à ce que le pH de la suspension atteigne environ 2,4 à environ 2,6.
- 25 13. Le procédé selon la revendication 11, dans lequel l'addition d'ammoniac au granulaire comprend l'addition d'ammoniac jusqu'à ce que le pH des granulés d'engrais atteigne environ 4,2.

14. Le procédé selon la revendication 11, dans lequel l'acide phosphorique comprend un acide phosphorique P_2O_5 à 40%.
15. Le procédé selon la revendication 11, dans lequel la suspension pré-neutralisée comprend un ou plusieurs micronutriments.
- 5 16. Le procédé selon la revendication 15, dans lequel les micronutriments sont choisis dans un groupe comprenant le bore (B), le cuivre (Cu), le fer (Fe), le manganèse (Mn), le molybdène (Mo), le zinc (Zn), le chlore (Cl), le cobalt (Co), le sodium (Na), et des combinaisons de ceux-ci.
17. Le procédé selon la revendication 11, dans lequel l'engrais comprend un ou plusieurs nutriments secondaires choisis parmi le groupe comprenant le calcium (Ca), le soufre (S), le
10 magnésium (Mg), et des combinaisons de ceux-ci.
18. Le procédé selon la revendication 17, dans lequel le nutriment secondaire comprend du soufre, et dans lequel le soufre est disponible en au moins un soufre élémentaire et un sulfate.
19. Le procédé selon la revendication 11, dans lequel la matière fibreuse comprend des fibres
15 cellulosiques de pâte ou de boues de papier, de fibres végétales provenant de la betterave à sucre, la canne à sucre, la pulpe d'agrumes, le grain et / ou la pomme de terre, la farine de bois, le tourbe, le compost de matières organiques, l'engrais, le coton, la paille, les solubles brasseurs condensés, le lignosulfonate, le carbonate de sodium lignine, la mélasse de canne, le sirop de betterave, la mélasse de betteraves, l'amidon de lactosérum, les solubles de soja, les épis de maïs, les balles de riz, les coques d'arachide, la farine de paille de blé moulu, la farine de blé, la farine
20 de soja, les dérivés de cellulose, les liants polymères à base de cellulose, la farine de graine, la farine de plumes, la farine de soja, l'acide humique, les déchets animaux, les boues activées, et les poils hydrolysés d'animaux, ou des combinaisons de ceux-ci.
20. Le procédé selon la revendication 19, dans lequel la matière fibreuse comprend des fibres de pâte ou de boues de papier.
- 25 21. Le procédé selon la revendication 11, dans lequel la matière fibreuse est présente en une quantité allant d'environ 0,1 à environ 10 pour cent en poids d'engrais.

**FIGURE 1****FIGURE 2**

**FIGURE 3****FIGURE 4**